

**En eksperimentell studie av
partikkelstørrelsesfordelingens innvirkning på
utvalgte eksplosjonsparametere for silisiumstøv**

Tore Østgård

Masteroppgave i prosesseteknologi
med spesialiseringen sikkerhetsteknologi



Universitetet i Bergen
Institutt for Fysikk og Teknologi
September 2022

Abstrakt

Silisium er en viktig komponent i nåværende og fremtidig industri. Det benyttes blant annet i halvlederteknologi og i solcellepaneler, samt som legeringstilsetninger til ulike metaller. I mange industrielle prosesser benyttes silisium på pulverform og det er viktig at færrest mulig mennesker blir skadet eller mister livet, og at minst mulig materielle verdier går tapt, som følge av støvekspløsjoner.

Denne masteroppgaven utforsker innvirkningen av partikkelstørrelsesfordelingen på utvalgte eksplosjonsegenskaper for silisiumstøv. Målet er å utvikle en metodikk eller en empirisk korrelasjon for å estimere kritiske eksplosjonsparametere som det maksimale eksplosjonstrykket, P_{maks} , den maksimale trykkstigningshastigheten, $(dP/dt)_{maks}$, og den nedre eksplosjonsgrense, LEL , for en gitt prøve av silisiumstøv med kjent partikkelstørrelsesfordeling. Resultatene kan også være verdifulle for utvikling av forbrenningsmodeller for silisiumstøv i numerisk beregningsmodeller som FLACS-DustEx.

Tilnærmingen som har blitt benyttet er eksperimentelle undersøkelser i et eksplosjons-kammer, kombinert med en gjennomgang av tidligere arbeid og analyse av data fra testrapporter og relevante databaser. Forsøkene er utført med støvprøver av silisium levert av Elkem, enten som mottatt eller med modifiserte størrelsesfordelinger. Forsøkene er utført i et 20-liters eksplosjonskammer ved Institutt for Fysikk og Teknologi (IFT) ved Universitetet i Bergen (UiB).

Opgaven inkluderer også utviklingen av en forbrenningsmodell for silisiumstøv. Et første utkast for en modell basert på ideell gasslov og termodynamikkens første lov ble utviklet.

Analysen av resultatene fra forsøkene fant en empirisk korrelasjon for eksplosjonsparameterne P_{maks} og $(dP/dt)_{maks}$ med partikkelstørrelsesparameterne $D[3,2]$ og $D10$. For eksplosjonsparameteren LEL ble det funnet korrelasjon med $D[3,2]$.

Ved å utføre en analyse av partikkelstørrelsesfordelingen til et silisiumstøv er det nå mulig å få en pekepinn på hvor eksplosivt støvet er. Testing av støvet må fortsatt utføres da det er noe usikkerhet til disse tallene.

Innholdsfortegnelse

Abstrakt	i
Innholdsfortegnelse	ii
Liste over figurer	iv
Liste over tabeller	viii
Nomenklatur	ix
Forord	x
1 Introduksjon	1
1.1 Motivasjon	1
1.2 Risikoanalyse	2
1.3 Målet for arbeidet	2
1.4 Oppgavens oppbygning	2
2 Teori og tidligere arbeid	3
2.1 Definisjoner og basiskonsepter	3
2.2 Partikkelstørrelsesanalyse	6
2.3 Representativ prøvetaking	10
2.4 Kjemiske formler	11
2.5 Den ideelle gassloven	12
2.6 Støvekspløsjoner	13
2.7 Entalpi	14
2.8 Eksplosjonsulykker	15
2.9 Tidligere arbeid	16
3 Eksperimentoppsett, materialer og prosedyrer	21
3.1 Eksplosjonskammeret ved UiB	21
3.2 Korreksjonsfaktorer for eksplosjonsdata	22
3.3 Materialer	23
3.4 Prosedyrer	25
4 Resultater	29
4.1 Resultater fra 20-liter kammer	29
4.2 Standardavvik	36
4.3 Observasjoner av brent støv i kammer	37
4.4 Justering av data	39
4.5 Resultater fra Malvern	42
5 Diskusjon	45
5.1 Sammenlikning av de forskjellige blandingene	45
5.2 Eksplosjonsverdier mot partikkelstørrelsesverdiene fra Malvern	53

5.3	Malvern	68
5.4	Usikkerhet	69
6	Utvikling av matematiske likninger for FLACS DustEx	73
6.1	Finne produkttemperaturen fra den ideelle gassloven	73
6.2	Modellen målt opp mot eksperimentelle data	81
7	Konklusjoner	83
8	Forslag til videre arbeid	84
	Epilog	85
	Referanseliste	86
A.	Tillegg	A-1
A1	Entalpiverdier for silisium og oksidene	A-1
A2	Malvern-rapportene for støvblandingene	A-3
A3	Beskrivelse av eksplosjonskammeret	A-7

Liste over figurer

Figur 1-1 Tegning av mulig scenario av hvetemelseksplosjonen i Torino i 1785 (Eckhoff, 2003)	1
Figur 2-1 Illustrasjon over hvordan forbrenningshastigheten endres ved at massen blir delt inn i mindre partikler (Eckhoff, 2003)	4
Figur 2-2 Branntriangel og eksplosjonspentagram (Huseman, 2017)	4
Figur 2-3 Forskjellige metoder å måle en partikkel på, gitt hvilken egenskap som er ønskelig å undersøke. (Rawle, 2003)	6
Figur 2-4 Illustrasjon av volumpersentiler som frekvens og kumulativ partikkelstørrelsesfordeling (Malvern Instruments, 2015)	7
Figur 2-5 Illustrasjon av D10, D50 og D90 for en typisk partikkelstørrelsesfordeling hvor en signifikant andel av finpartikler er til stede (Malvern Instruments, 2015)	8
Figur 2-6 Illustrasjon av D[3,2] og D[4,3] for en typisk partikkelstørrelsesfordeling hvor en signifikant andel av finpartikler er til stede (Malvern Instruments, 2015)	10
Figur 2-7 Illustrasjoner av segregering av partikler i laboratoriet. (Esbensen & Wagner, 2016)	11
Figur 2-8 Trykk-tid-kurve for eksperiment i eksplosjonskammer (Cesana & Siwek, 2020). Interessante punkter er vendepunktet, W_p som angir $(dP/dt)_{maks}$, makspunktet P_{ex} og t_v som angir forsinkelsestid til antenning (60 ms i kammer med volum 20 l).	13
Figur 2-9 Totalt ødelagt mølleseksjon ved silisiumstøvproduksjonen ved Bremanger etter ulykken i 1972 (Eckhoff, 2003)	16
Figur 2-10 Maksimum trykkstigningshastighet for silisiumstøv, $(dP/dt)_m$, med silisiumstøv med forskjellig partikkelstørrelsesfordeling (van der Wel et al., 1991)	17
Figur 2-11 Maksimumstrykk, P_m , for silisiumstøv tilsvarende støv benyttet i denne oppgaven, stoff H (Cruz, 2019). Det er utført tre repetisjoner utført ved $c = 1000 \text{ g m}^{-3}$ og grafen viser snittverdiene. P_{maks} er bestemt av snittet de tre høyeste verdiene. Y-grafen er trunkert ved 6 barg.	17
Figur 2-12 Maksimum trykkstigningshastighet, $(dP/dt)_m$, for silisium tilsvarende silisiumstøv benyttet i denne oppgaven, stoff H (Cruz, 2019). Tre repetisjoner ble utført ved $c = 1000 \text{ g m}^{-3}$ og grafen viser snittverdiene. Makspunktets posisjon er bestemt av snittet de tre høyeste verdiene. Usikkerheten settes høyere enn standard grunnet få undersøkte konsentrasjoner.	18
Figur 2-13 Eksplosjonsdata for støvene J133, J135 og J136 over en rekke konsentrasjoner med elektrisk lysbue som tennkilde (Skjold, 2003)	19
Figur 3-1 Bildet av oppsettet. Fra venstre til høyre: avtrekkslange opp til ventilasjon; eksosventil; 20-liter kammer med lokk; ventil til juletre; juletre; festet til juletre er ventil nedover til vakuumpumpe, til høyre nåleventil, to ventiler for tilkobling av gass og ventil til trykksensor på veggen. Nedenfor juletreet er reservoaret som er tilkoblet trykksensor på veggen. Ikke på bildet er måle- og styreenheten, vakuumpumpen og trykkluftflasken.	21
Figur 3-2 Kjemiske tennere på 5 kJ fra Fr. Sobbe GmbH	22
Figur 3-3 Støv veies opp på vekt og blandes deretter med spatel. For en test av LEL er en mager blanding ($c = 120 \text{ g m}^{-3}$) av H40_B60 blitt veid opp (venstre). Til høyre er den blitt blandet. Flesteparten av testene ble utført med rundt 10 ganger så mye støv Man ser også at noe støv har festet seg til overflaten til plastbegeret.	25
Figur 3-4 To 5 kJ kjemiske tennere er festet i midten av kammeret med god kontakt med metalloverflatene for sikker kontaktoverflate klar for elektronisk antenning. I bakgrunnen synes refleksjonsdysen ("rebound nozzle").	26
Figur 3-5 Støvet blir deponert i reservoaret ved å bøye begeret slik at det får plass inne i reservoaret og deretter vippe det rundt som vist over. Slik minskes sannsynligheten for søl.	26
Figur 3-6 Rengjøring av kammeret med industriell støvsuger. Under det brune silisiumoksidet kan man se uforbrent silisium.	26

Figur 4-1 Maksimumstrykk, P_m og P_{maks} , for B100 med grafer for gjennomsnittsverdi og maksimumsverdi _____	29
Figur 4-2 Maksimum trykkstigningshastighet, P_m og P_{maks} , for referanestøvet B med grafer for gjennomsnittsverdi og maksimumsverdi _____	30
Figur 4-3 Maksimumstrykk, P_m og P_{maks} , for stoff G. For G100 er det bare én serie som gir høyere usikkerhet for P_{maks} _____	31
Figur 4-4 Maksimum trykkstigningshastighet for G100. Makspunktet settes ved siste punkt da maksimum trykkstigningshastighet ikke er bestemt i et toppunkt. Usikkerheten oppover settes høyere _____	31
Figur 4-5 Maksimum trykkstigningshastighet, $(dP/dt)_m$, (nederst) og maksimumstrykk, P_m , (øverst) for blandingen H100 med grafer for gjennomsnittsverdi og maksimumsverdi _____	32
Figur 4-6 Maksimum trykk, P_m , (øverst) og maksimum trykkstigningshastighet, $(dP/dt)_m$, (nederst) for blandingen H05_B95 med grafer for gjennomsnittsverdi og maksimumsverdi _____	33
Figur 4-7 Maksimumstrykk, P_m , (øverst) og maksimum trykkstigningshastighet, $(dP/dt)_m$, (nederst) for blandingen H10_B90 med grafer for gjennomsnittsverdi og maksimumsverdi _____	34
Figur 4-8 Maksimumstrykk, P_m , (øverst) og maksimum trykkstigningshastighet, $(dP/dt)_m$, (nederst) for blandingen H20_B80 med grafer for gjennomsnittsverdi og maksimumsverdi _____	35
Figur 4-9 Maksimumstrykk, P_m , (øverst) og maksimum trykkstigningshastighet, $(dP/dt)_m$, (nederst) for blandingen H40_B60 med grafer for gjennomsnittsverdi og maksimumsverdi. _____	36
Figur 4-10 Referanestøvet B100 ved $c = 250 \text{ g m}^{-3}$ viser hvitt SiO ₂ . I bildet sees også svidd plastbeskytter fra 5 kj tenner sittende fast i kammerveggen. _____	38
Figur 4-11 Referanestøvet B100 ved $c = 750 \text{ g m}^{-3}$ har gitt det brune kondensatet. Typisk mønster med nupper er dannet langs veggen og bølgeformet mønster i bunn av kammeret etter at silisiumoksidgass har kondensert. _____	38
Figur 4-12 Blandingen H40_B60 med konsentrasjon $c = 1250 \text{ g m}^{-3}$, serie 1 med $P_m = 7,8 \text{ barg}$ og $(dP/dt)_m = 648 \text{ bar s}^{-1}$. I tillegg til å se de karakteristiske nuppene langs veggen og bølgene nede, kan man se tennerne er blåst vekk. _____	38
Figur 4-13 Remser av silisiumoksid som henger ned fra tennerne. De er svært lette og blaffer ved den minste bevegelse av luft. Konsentrasjon for alle disse er $c = 750 \text{ g m}^{-3}$, men remsene kunne oppstå ved $c = 500 \text{ g m}^{-3}$. Venstre og midten er blandingen H40_B60 og høyre er H20_B80. _____	39
Figur 4-14 Silisiumoksid ekstrahert fra bunnen av 20-liter kubisk kammer etter støvekspløsning med silisium og luft. Vekten angir konsentrasjon. "5 g" tilsvarer 250 g m^{-3} , "10 g" tilsvarer 500 g m^{-3} osv. (Skjold, 2003) _____	39
Figur 4-15 Plot som viser alle repetisjonens P_m og $(dP/dt)_m$ ved $c = 500 \text{ g m}^{-3}$ for H100. Y-aksen er trunkert. _____	40
Figur 4-16 Partikkelstørrelsesfordelingene til referanestøvene B100 og H100, blandinger fra disse og G100. Dataene er hentet fra Malvern-rapportene (se Tillegg A). _____	42
Figur 4-17 Plot av kumulativ partikkelstørrelsesfordeling av referanestøvene stoff H og B og blandingene fra disse med normal visning (øverst) og presentert i log-log form (nederst). _____	43
Figur 5-1 Gjennomsnittsverdier for maksimumstrykk, P_m , for stoff H, B, blandingene fra disse og stoff G _____	45
Figur 5-2 Maksimumsverdier for maksimumstrykk, P_m , for stoff H, B, blandingene fra disse og stoff G _____	46
Figur 5-3 Gjennomsnittsverdier for maksimum trykkstigningshastighet, $(dP/dt)_m$, for stoff H, B, blandingene fra disse og stoff G _____	47
Figur 5-4 Maksimumsverdiene for maksimum trykkstigningshastighet, P_m , for stoff H, B, blandingene fra disse og stoff G _____	48

Figur 5-5 Gjennomsnittsverdier og alle punktene for maksimumstrykk, P_m , fra referansestøvene stoff H, B og alle blandningene av disse. Y-aksen er trunkert. _____	49
Figur 5-6 Gjennomsnittsverdier for maks trykkstigningshastighet, $(dP/dt)_m$, og alle punktene for alle serier for stoff H, B og blandningene av disse _____	50
Figur 5-7 Plott som viser maksimum trykkstigningshastighet, $(dP/dt)_m$ fra eksperimentene utført i denne oppgaven og av van der Wel et al. (1991). _____	51
Figur 5-8 Maksimum trykkstigningshastighet, $(dP/dt)_m$, og $(dP/dt)_{maks}$ for H100 og støv tilsvarende H100 (Cruz, 2019) _____	52
Figur 5-9 Maksimumstrykk, P_m og P_{maks} , for H100 og for støv tilsvarende H100 (Cruz, 2019). Y-aksen er trunkert. _____	53
Figur 5-10 Maksimum trykkstigningshastighet, $(dP/dt)_{maks}$, plottet mot partiklenes overflatevektet gjennomsnitt, $D[3,2]$, for stoff H, B, blandinger av disse og stoff G _____	54
Figur 5-11 Maksimum trykkstigningshastighet, $(dP/dt)_{maks}$, plottet mot partikkelstørrelsesparameteren D10 for stoff H, B, blandinger av disse og stoff G _____	54
Figur 5-12 Maksimum trykkstigningshastighet, $(dP/dt)_{maks}$, plottet mot partikkelstørrelsesparameteren D50 for stoff H, B, blandinger av disse, og stoff G _____	55
Figur 5-13 Maksimum trykkstigningshastighet, $(dP/dt)_{maks}$, plottet mot partikkelstørrelsesfordelingens parameter D50, for stoff H, B, blandinger av disse, stoff G og tilgjengelig data fra Skjold (2003) og Elkem (internt dokument, 2022). Det er ikke korrelasjon i disse dataene. _____	55
Figur 5-14 Maksimum trykkstigningshastighet, $(dP/dt)_{maks}$, plottet mot partikkelstørrelsesfordelingens parameter D90, for stoff H, B, og disses blandinger og stoff G. Feillinjene er utelatt for økt lesbarhet. For feillinjer se tilsvarende plott for $D[3,2]$ eller D10. _____	56
Figur 5-15 Maksimum trykkstigningshastighet, $(dP/dt)_{maks}$, plottet mot partikkelstørrelsesfordelingens parameter SSA, for stoff H, B, og disses blandinger og stoff G _____	56
Figur 5-16 Maksimum trykkstigningshastighet, $(dP/dt)_{maks}$, plottet mot partikkelstørrelsesfordelingens parameter D90 for stoff H, B, blandinger fra disse, stoff G og tilgjengelig data fra Skjold (2003) og Elkem (internt dokument, 2022) _____	57
Figur 5-17 Maksimum trykkstigningshastighet, $(dP/dt)_{maks}$, plottet mot partikkelstørrelsesfordelingens parameter $D[3,2]$, for stoff H, B, blandinger fra disse, stoff G samt J133 til 141 (Skjold, 2003) og tre resultater, E52, E58 og E59 (Elkem, internt dokument, 2022) _____	58
Figur 5-18 Maksimum trykkstigningshastighet, $(dP/dt)_{maks}$, plottet mot partikkelstørrelsesfordelingens parameter $D[3,2]$, for stoff H, B, blandinger fra disse, stoff G samt dataene fra Skjold (2003) og Elkem (internt dokument, 2022) med tre punkter av Skjolds data utelatt. _____	59
Figur 5-19 Alternativ tolkning av resultatene fra eksplosjonsverdien $(dP/dt)_{maks}$ mot $D[3,2]$ for stoff H, B og disses blandinger, stoff G og eksterne data (Skjold, 2003; Elkem, internt dokument, 2022). _____	60
Figur 5-20 Maksimum trykkstigningshastighet, $(dP/dt)_{maks}$, plottet mot partikkelstørrelsesfordelingens parameter D10 for stoff H, B, blandningene av disse, stoff G, samt J133 til 141 (Skjold, 2003) og tilgjengelige resultater fra Elkem (internt dokument, 2022). Ved ytterpunktet E52 er trenden feil. Trenden skal treffe 0 når den ekstrapoleres. _____	61
Figur 5-21 Maksimumstrykk, P_{maks} , plottet mot partikkelstørrelsesfordelingens parameter $D[3,2]$ for stoff H, B, blandningene av disse og stoff G, trunkert ved 6 barg _____	61
Figur 5-22 Maksimumstrykk, P_{maks} , plottet mot partikkelstørrelsesfordelingens parameter $D[3,2]$ for stoff H, B, blandningene av disse, stoff G, samt J133 til 141 (Skjold, 2003) og tilgjengelige resultater fra Elkem (internt dokument, 2022) _____	62

Figur 5-23 Maksimumstrykk, P_{maks} , plottet mot partikkelstørrelsesfordelingens parameter D10 for stoff H, B, blandingene av disse, stoff G, samt J133 til 141 (Skjold, 2003) og tilgjengelige resultater fra Elkem (internt dokument, 2022)	63
Figur 5-24 Maksimum trykkstigningshastighet, $(dP/dt)_{maks}$, plottet mot partikkelstørrelsesfordelingens parameter D50 for stoff H, B, blandingene av disse, stoff G, samt J133 til 141 (Skjold, 2003) og tilgjengelige resultater fra Elkem (internt dokument, 2022). Punktet ved D50 = 62 μm gjør at det ikke er korrelasjon.	63
Figur 5-25 Plot som viser nedre eksplosjonsgrense (LEL) mot D[3,2] for referansestøvene B og H og blandingene av disse.	64
Figur 5-26 Plott som viser referansestøvene og blandingenes maksimumstrykk, P_{maks} , og tilhørende konsentrasjon. Y-aksen er trunkert.	64
Figur 5-27 Plott som viser blandingenes maksimum trykkstigningshastighet, $(dP/dt)_{maks}$, og tilhørende konsentrasjon. Y-aksen er trunkert.	65
Figur 5-28 To plott fra KSEP 7.1 som viser B40_H60 med konsentrasjon $c = 375$ (øverst) og 1250 g m^{-3} (nederst). Den øvre kurven viser vendepunktet lavt på kurven, noe som antyder at flammen tidlig traff veggen og kjølte ned. $c = 1250 \text{ g m}^{-3}$ viser en lavere P_m , men har høyere $(dP/dt)_m$ der vendepunktet er høyere på kurven.	67
Figur 6-1 Plott av grafen utledet fra entalpi over 4 forskjellige støvkonsentrasjoner og plott av formelen utledet fra ideell gasslov med trykk 3 forskjellige maksimumstrykk. Ikke alle grafer krysser hverandre. Eksperimentelle data sier at de skulle ha krysset.	79
Figur 6-2 Grafer for entalpi der silisiumrestene har konstant entalpi $h_{l, T=1690} = 74,10 \text{ kJ/mol}$ over forskjellige konsentrasjoner, sammen med grafer for 3 maksimumstrykk. Grafene krysser nå hverandre, men fortsatt ikke i samsvar med eksperimentelle verdier for konsentrasjon og maksimumstrykk.	80
Figur 6-3 Fire grafer for entalpi, med uforbrent silisium ved konstant entalpi $h_{s, T=1690} = 36,18 \text{ kJ/mol}$ over forskjellige konsentrasjoner og der uforbrent silisiumstøv har $h = 0$, sammen med grafer for formelen for ideal gass over 3 ulike trykk. Disse grafene krysser hverandre med trykk og konsentrasjoner observert i eksperimentene.	81
Figur 6-4 Modellen med input fra eksperimentelle data, c og P_m , for støvene H100 (til venstre) og B100 (til høyre). Øverst settes entalpieren for uforbrent silisium til $h_{s, T=1690} = 36,18 \text{ kJ/mol}$ og nederst $h = 0$.	82
Figur 6-5 Modellen med input fra eksperimentelle data, c og P_m , for blandingene H40_B60 (til venstre) og H20_B80 (til høyre). Øverst settes entalpieren for uforbrent silisium til $h_{s, T=1690} = 36,18 \text{ kJ/mol}$ og nederst $h = 0$.	82
Figur A-1 Entalpi for silisium, silisiummonoksid og silisiumdioksid plottet mot temperatur [K]	A-2
Figur A-2 Malvern-resultater for B100	A-3
Figur A-3 Malvern-resultater for G100	A-4
Figur A-4 Malvern-resultater for H100	A-4
Figur A-5 Malvern-resultater for H05_B95	A-5
Figur A-6 Malvern-resultater for H10_B90	A-5
Figur A-7 Malvern-resultater for H20_B80	A-6
Figur A-8 Malvern-resultater for B40_H60	A-6
Figur A-9 Tegning av USBM-kammeret ved Universitetet i Bergen (Skjold, 2003)	A-7
Figur A-10 Bilde av refleksjonsdysen ("rebound nozzle")	A-7
Figur A-11 Dispersjonsdysen benyttet i masteroppgaven, en refleksjonsdyse (Skjold, 2003)	A-8

Liste over tabeller

Tabell 2-1 Entalpi for forbrenning (oksidasjon) av forskjellige stoffer per mol O ₂ forbrent (Eckhoff, 2016).....	5
Tabell 2-2 Beregninger av D10-, D50- og D90-verdier for 5 partikler med diameter 1, 5, 6, 7 og 8 µm.	9
Tabell 2-3 Støvekspløsjonsklasser	14
Tabell 2-4 Utvalgte eksplosjonsdata for silisiumstøv utført med to kjemiske tennere (5 kJ) ved konsentrasjonen $c = 500 \text{ g m}^{-3}$, samt data for partikkelstørrelsesfordelingen (Skjold, 2003)	18
Tabell 2-5 Utvalgte eksplosjonsparametere og partikkelstørrelsesfordeling på en rekke silisiumstøv fra Elkem (internt dokument, 2022).....	20
Tabell 3-1 Utvalgte egenskaper for silisium (Si)	23
Tabell 3-2 Utvalgte egenskaper for produktet silisiummonoksid (SiO)	23
Tabell 3-3 Utvalgte egenskaper for produktet silisiumdioksid (SiO ₂).....	24
Tabell 3-4 Støkiometriske konsentrasjoner for reaksjonen mellom silisium og luft.....	24
Tabell 3-5 Resultatene fra tørking av stoff B og H. Minimalt massetap ble observert.	25
Tabell 3-6 Usikkerhet for et støvs eksplosjonsparametere P_{maks} og LEL (Cesana & Siwek, 2020).....	28
Tabell 3-7 Usikkerhet for $(dP/dt)_{maks}$ (Cesana & Siwek 2020)	28
Tabell 4-1 Nedre eksplosjonsgrenser for stoff H, B og disses blandinger og stoff G	36
Tabell 4-2 resultater for å finne statistiske verdier for H100.....	37
Tabell 4-3 Statistiske verdier for stoff H, $c = 500 \text{ g m}^{-3}$	37
Tabell 4-4 Aktuelle resultater fra Malvern-undersøkelsene av støvene	44
Tabell 5-1 Denne oppgavens H100-verdier og Cruzes (2019) verdier for tilsvarende støv	52
Tabell 5-2 Utvalgte verdier for B100, H05_B95 og G100 for å belyse usikkerhet for de eksterne punktene J140, J141 og E58	58
Tabell 6-1 Entalpi-verdier for reaktanten silisium og produktene SiO og SiO ₂ i aktuell fase	77
Tabell A-1 Entalpiverdier fra Skjold et al. (2005).....	A-1
Tabell A-2 Stoff i aktuelle faser plukket ut fra Skjold og konvertert til riktig enhet, Si(l) og SiO(g) er utregnet fra NISTs Shomate-likninger (NIST, udatert.b, udatert.c).	A-2

Nomenklatur

Forkortelser:		Enhet
CFD	Datamodellering av fluiddynamikk	
LEL	Nedre eksplosjonsgrense	g m^{-3}
SSA	Spesifikt overflateareal	$\text{m}^2 \text{kg}^{-1}$
UEL	Øvre eksplosjonsgrense	g m^{-3}
Latinske bokstaver:		
$(dP/dt)_m$	Maksimum trykkstigningshastighet målt i 20-liter apparat. Dvs. vendepunktet i trykk-tid-kurven.	bar s^{-1}
$(dP/dt)_{maks}$	Maksimumsverdien til $(dP/dt)_m$ over en rekke med brenselkonsentrasjoner	bar s^{-1}
c	Støvkonsentrasjon	g m^{-3}
c_p	Varmekapasitet	J K^{-1}
H	Entalpi	J
h	Molar entalpi	J mol^{-1}
M	Molar masse	g mol^{-1}
m	Masse	g
n	Antall mol	mol
n_p	Antall mol til produktene	mol
n_R	Antall mol til reaktantene	mol
P	Trykk	bar
P_d	Trykkdifferansen i eksplosjonskammeret før og etter spredning av støv	bar
P_0	Trykket til reaktantene i utregning av DustEx-formler	bar
P_{ex}	Maksimum eksplosjonstrykk målt i 20-liter apparat for gitt test.	barg
P_m	Korrigert maksimum eksplosjonstrykk målt i 20-liter apparat for gitt test.	barg
P_{maks}	Maksimum korrigert eksplosjonstrykk målt i 20-liter apparat, funnet over rekke brenselkonsentrasjoner	barg
Q	Varme	J
R	Den ideelle gasskonstanten	$\text{J K}^{-1} \text{mol}^{-1}$
T	Absolutt temperatur	K
T_0	Temperatur til reaktantene	K
T_p	Temperatur til produktene	K
t_1	Forbrenningstid. Tiden det tar fra tenning til makspunkt i trykk-tid-kurven.	s
t_2	Induksjonstid. Tid fra aktivering av tenningen til skjæringen av tangenten med 0 bar-linjen.	s
t_d	Tidsforsinkelsen på utslippsventilen. Tiden mellom aktiveringen av den pneumatiske ventilen og første trykkstigning i eksplosjonskammeret	s
t_v	Forsinkelsen fra innblåsing av støv til tenning. Denne skal være 60 ms i 20 liter stort eksplosjonskammer	s
U	Indre energi	J
V	Volum	m^3
W_p	Trykkstigningen i vendepunktet på trykk-tid-kurven.	bar s^{-1}

Forord

Jeg ønsker å takke Universitetet i Bergen og Instituttet for Fysikk og Teknologi for at jeg fikk muligheten til å ta en mastergrad her i Bergen. Jeg vil takke mine inspirerende veiledere Trygve Skjold og Bjørn Arntzen for all hjelp og støtte jeg har fått. Torfinn Buseth hos Elkem fortjener også en stor takk for at han formulerte en eksperimentell oppgave og stilte sine ressurser til rådighet. UiB har ansatt dyktige og hyggelige mennesker både i administrasjonen og i vitenskapelige stillingene og disse bidrar alle til et godt arbeids- og læringsmiljø. Skulle jeg nevnt navn her så kunne jeg fylt opp hele siden, så jeg lar være. Ingen nevnt, ingen glemt. Å ha tatt del i studentmiljøet har gitt meg mye. En ting jeg kan trekke frem er aftenene med brettspill på bachelorrommet eller kantinen, enten det var sjakk eller andre gøyale spill. Det var synd med koronaepidemien som bremsset disse aktivitetene. Jeg ønsker også å takke mine venner, familie og bekjente. Uten dere ville jeg ikke ha vært i stand til å fullføre denne masteroppgaven. Nå skal det neste kapittelet i mitt liv åpnes.

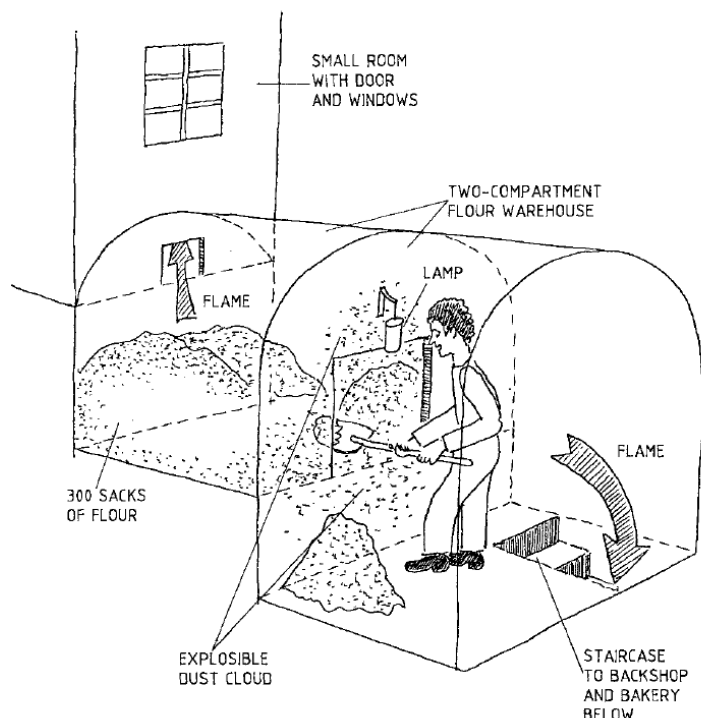
12. september 2022 Tore Østgård

1 Introduksjon

1.1 Motivasjon

Den første nedtegnede støvekspløsjonsulykken

På forespørsel fra Vitenskapsakademiet i Torino nedtegnet Grev Morozzo i 1785 en hendelse som anses å være første støvekspløsjonen som er vitenskapelig beskrevet. En desemberkveld i Torino, skyflet en gutt mel under lampelys i et mellager ved et bakeri. Mellageret var adskilt i to rom, se Figur 1-1, med gulvnivå på 0,6 m høydeforskjell. Gutten tok et godt spadetak og grov dypt i melet og tok tyngdekraften til hjelp. Plutselig falt en stor mengde mel fra det øvre rommet etterfulgt av en tykk støvsky. Lampen antente støvskyen og flammen forplantet seg ned trappen og inn i bakeriet. Der utløste den en voldsom eksplosjon. Bakeren i bakeriet så hele rommet i flammer før han følte sjokkbølgen fra eksplosjonen, hvorpå butikkens vinduer ble blåst ut. Flammen gikk også opp inn i et lite rom der en annen gutt befant seg. Personskadene var begrensete der gutten med spaden fikk svidd ansikt og armer, mens den andre gutten falt ned fra et stilas og knakk et bein.



Figur 1-1 Tegning av mulig scenario av hvetemelsekspløsjonen i Torino i 1785 (Eckhoff, 2003)

Bakeren fortalte Grev Morozzo at han aldri hadde hatt så tørt mel i hele sitt liv. Det hadde ikke regnet på 5-6 måneder i området. Det var heller ikke første hendelse med brennende mel for bakeren. Som barn hadde han også opplevd flammende mel, men den gang var det ingen påfølgende eksplosjon. Bakeren la skylden på det tørre været og tørt mel.

Denne og mange andre hendelser med støvekspløsjoner reiser mange spørsmål. Hva skal til for at en melsky skal eksplodere? Hvor konsentrert må melskyen være for å kunne antennes? Er det noen optimal konsentrasjon? Hvor viktig var meleets tørrhet? Hvilke antenneskiller klarer å antenne en melsky? Kan andre stoffer enn mel eksplodere? Hvilke stoffer kan aldri eksplodere? Hvor raskt forplanter en støvekspløsjon seg? Har partikkelstørrelsen av melet noe å si?

Og viktigst av alt, hvordan kan vi forhindre støvekspløsjoner? Og hvordan kan vi begrense skadene når en støvekspløsjon skjer?

For å kunne svare på disse to siste spørsmålene må vi finne svar spørsmålene over. Forskere har siden 1785 opparbeidet kunnskap om støvekspløsjoner og egenskapene til forskjellige støv, ofte fra etterforskningen etter dødelige eksplosjoner.

1.2 Risikoanalyse

For å forhindre ulykker og skade på eiendom, død og ødelagt helse har myndighetene bestemt at alle industrianlegg skal ha kontroll på risiko. Ingen får lov til å operere uten å ha utført en godkjent risikoanalyse (Internkontrollforskriften, 1996, § 5). Risiko for en hendelse defineres vanligvis som hendelsens sannsynlighet multiplisert med hendelsens konsekvenser.

$$\text{Risiko} = \text{Sannsynlighet} \cdot \text{konsekvens} \quad (1.1)$$

Det finnes en rekke metoder og standarder for risikoanalyse. For å undersøke konsekvensenes alvorlighetsgrad utføres det gjerne eksperimenter og/eller datamodellering, også kalt simulering (CFD). Et eksempel på eksperiment er å undersøke hvor stort overtrykk en eller flere eksplosjoner av ulike stoff i en fabrikk skaper. Fordelen med datamodellering er at man kan studere hvordan eksplosjoner forplanter seg i fabrikk uten å måtte ødelegge fabrikk. Forskningsmiljø og bedrifter som selger verktøy og tjenester for sikkerhet i prosessindustrien, har utviklet en rekke gode simuleringsverktøy når det kommer til gasekspløsjoner. Støvekspløsjoner er mer utfordrende, da forløpet til en støvekspløsjon er vanskeligere å beregne sammenliknet med gasekspløsjoner.

Som et verktøy for å få kontroll på risikoen og samkjøring av regelverk over landegrenser har myndighetene i Europa innført et ATEX-direktiv som stiller ulike krav til tekniske løsninger og vernemekanismer for områder med ulik sannsynlighet for eksplosiv atmosfære. EU-direktiv som ATEX gjenspeiles i norsk regelverk gjennom lover og forskrifter (med tilhørende veiledninger) slik som beskrevet av Arbeidstilsynet(udatert).

1.3 Målet for arbeidet

Det er kjent at partikkelstørrelsesfordelingen spiller inn for støvekspløsjoners intensitet, hvor finere støv generelt gir kraftigere eksplosjon (Eckhoff, 2003).

Målet er å utvikle en metodikk eller en empirisk korrelasjon for å estimere det maksimale eksplosjonstrykket, P_{maks} , den maksimale trykkstigningshastigheten, $(dP/dt)_{\text{maks}}$, og den nedre eksplosjonsgrense, LEL , for en gitt prøve av silisiumstøv med kjent partikkelstørrelsesfordeling. Dette basert på eksperimentelt bestemte eksplosjonsegenskaper for støvprøver med forskjellige partikkelstørrelsesfordelinger.

Gexcon har utviklet simuleringsverktøyet FLACS-DustEx for støvekspløsjoner (Skjold, 2007), og her er det ønskelig å komme opp med formler for modellering av forbrenning av silisium basert på forbrenningens produkttemperatur, og forankre dette i eksperimentelle data.

1.4 Oppgavens oppbygning

Kapittel 2 omhandler relevant teori, før oppsett av eksperiment, materialer og prosedyrer blir presentert i kapittel 3. Resultatene fra eksperimentene blir presentert i kapittel 4 i form av grafer hvor aktuelle punkter blir lett beskrevet. Disse resultatene sammenstilles i kapittel 5.1 og i kapittel 5.2 kobles resultatene mot parametere fra partikkelstørrelsesfordelingene. Sammenhenger dras. For utarbeiding av formler for bruk i FLACS-DustEx, blir grunnformlene presentert i kapittel 2.5 og 2.7 og så bearbeidet i kapittel 6. Entalpigrunnlag finnes i Tillegg A1. Konklusjoner blir presentert i kapittel 7 og forslag til videre arbeid foreslås i kapittel 8.

2 Teori og tidligere arbeid

2.1 Definisjoner og basiskonsepter

2.1.1 Eksplosjon

Før man kan si noe om egenskapene til en støvekspløsion så må man først definere hva som er en eksplosjon. Forskningen har gjort fremskritt siden støvekspløsionen i Torino og forskerne har kommet frem til ulike definisjoner av en hva en eksplosjon er. Eckhoff (2016) nevner to definisjoner. En definisjon fokuserer på smellet som oppstår når hurtig frigjøring av energi forårsaker en trykkbølge som forplanter seg i atmosfæren. Et eksempel på denne definisjonen er en sprukket trykktank.

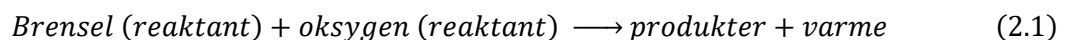
Den andre definisjonen fokuserer på mekanismen for trykkoppbyggingen, som normalt er frigjøring av kjemisk energi som varme. Eckhoff (2016) definerer en slik eksplosjon: «En eksplosjon er en eksoterm kjemisk prosess som, når den skjer under konstant volum, gir opphav til en plutselig og betydelig trykkøkning.» Eksempler som passer denne definisjonen er eksplosiver, gassekspløsioner og støvekspløsioner.

I henhold til siste definisjon vil ikke en sprukket trykktank være en eksplosjon. Ser vi på første definisjonen så kan man argumentere for at eksplosiver eller antenning av gass, støv og væsketåke med oksidant ikke faller innunder da det ikke er noen eksisterende trykkforskjell. Dette er et argument som ikke holder, da den kjemiske prosessen er så rask at det blir en hurtig frigjøring av energi.

Energien som utløses i en eksplosjon kan dannes fra både fysiske og kjemiske reaksjoner og hendelser.

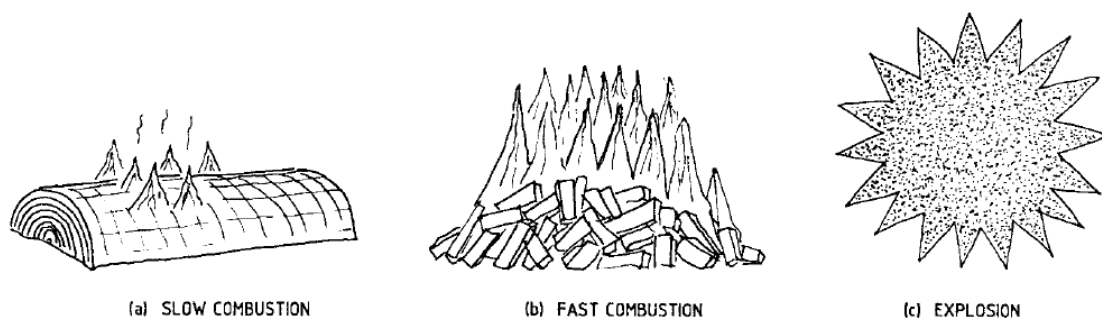
2.1.2 Forbrenning

Forbrenning er en eksoterm kjemisk reaksjon mellom stoffer, et brensel og som oftest oksygen, som blir ledsaget av varme og lys som vises i form av en flamme eller gløding. Forbrenningshastigheten må være så høy at energien som dannes overstiger energien som unnslipper til omsluttende medium, som oftest luften. Det klassiske eksempelet er tenningen av en fyrstikk der friksjon først varmer opp fyrstikkens svovelhode til nødvendig temperatur for at den kjemiske reaksjonen skal inntreffe. Den første forbrenningen av svovel og luft vil frigjøre varme som varmer opp treverket til fyrstikken som igjen fortsetter forbrenningsprosessen, nå med tre som brennstoff. Skulle temperaturen deretter kjøles ned med f.eks. vind eller vann vil flammen kunne slukkes. Forbrenningen vil også avsluttes når tilgjengelig brensel er konsumert, eller når varmen laget av den kjemiske prosessen blir lavere enn tapet av varme til omgivelsene og brenselets temperatur blir lavere enn brenselets minste tenntemperatur.



For at en støvekspløsion skal inntreffe må man ha forbrenning. Videre, det er to typer forbrenningsmekanismer av partikler. Vi kan ha enten Nussel-forbrenning (heterogen forbrenning), der oksygen diffunderer til overflaten av partikkelen, eller homogen forbrenning med gassifisering eller pyrolyse der gasser frigis fra partikkelen og brenner i luft. Sistnevnte er vanlig for organisk material, førstnevnte for en del metaller(f.eks. jern).

Desto større overflatearealet er, jo høyere forbrenningshastighet vil oppnås, og igjen høyere energi per tidsenhet frigjøres. Som Figur 2-1 viser, brensel i form av en stor stokk vil gi en brann i form av en sakte forbrenning. Det kan være vanskelig å opprettholde forbrenningen til hele stokken er konsumert grunnet nedkjøling. Ved å hogge stokken opp i vedkubber økes overflateareal og tilgangen til oksygen. Forbrenningshastigheten går opp. Pulveriser stokken og blås støvet opp i luften og du vil kunne få en støvekspløsion.

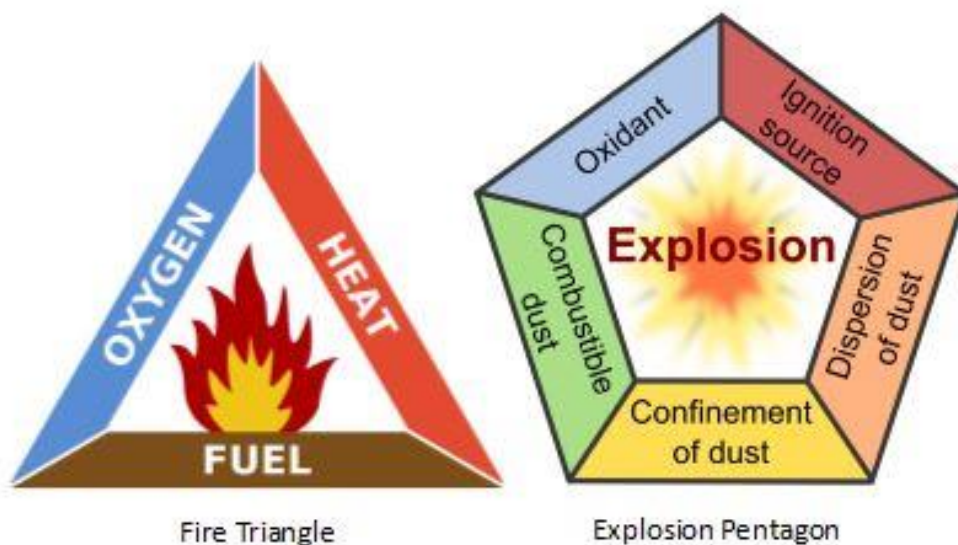


Figur 2-1 Illustrasjon over hvordan forbrenningshastigheten endres ved at massen blir delt inn i mindre partikler (Eckhoff, 2003)

Ettersom både brensel og oksygen er nødvendig for å starte og opprettholde forbrenningen, vil det være en blanding der konsentrasjonen har akkurat passe mengde oksygen for å brenne alt brenselet. Denne blandingen kalles støkiometrisk blanding.

Hvis blandingen ikke er støkiometrisk, vil varmen som frigjøres også gå til oppvarming av ikke-reagerende molekyler, noe som resulterer i mindre effektiv forbrenning og dermed lavere temperatur. Er det altfor mye brensel eller luft til stede vil blandingen ikke antennes. Grensene her kalles nedre og øvre eksplosjonsgrense, henholdsvis *LEL* og *UEL*.

For å at et brensel skal kunne eksplodere må flere betingelser være tilfredsstillt enn for at en brann skal oppstå. Branntrekanten er velkjent, se Figur 2-2. De tre sidene består av brensel, oksidant (oksygen) og varme/tenning. Ta bort en av sidene i branntrekanten og det blir ingen brann. For å få en eksplosjon legges ytterligere to sider til trekanten og vi får en eksplosjonsfemkant. Disse sidene heter inneslutning ("confinement") og blanding ("dispersion"). Inneslutning for å tillate trykkoppbygging og turbulensgenerering og blanding for å tillate rask forbrenning. Inneslutning kan være bygninger, rom, innsiden av prosessutstyr og kanaler. Obstruksjoner som møbler, prosessutstyr, le-vegger, vegetasjon og gjerder bidrar også til inneslutning. Er forbrenningshastigheten svært rask, som f.eks. for hydrogen, vil omsluttende atmosfære i noen tilfeller være tilstrekkelig for å tilfredsstille inneslutningskravet. Blanding innebærer at brensel og oksidanter er forblandet gjennom f.eks. diffusjon eller turbulens.



Figur 2-2 Branntriangel og eksplosjonspentagram (Huseman, 2017)

Som nevnt er det nødvendig med en tennkilde med et tilstrekkelig høyt energiinnhold. Noen eksempler er åpen flamme, adiabatisk kompresjon, varme overflater, varm gasstrøm og elektriske eller mekaniske gnister. Finnes det ingen tennkilde, eller energien som frigjøres er for lav, blir det verken brann eller eksplosjon.

Forskjellige stoffer gir forskjellig mengde energi og Tabell 2-1 viser at silisium og andre metaller avgir mer energi og dermed gir høyere temperatur enn organiske materiell som f.eks. maismel (stivelse).

Tabell 2-1 Entalpi for forbrenning (oksidasjon) av forskjellige stoffer per mol O₂ forbrent (Eckhoff, 2016)

Stoff	Oksidasjonsprodukt(er)	kJ/mol O ₂
Ca	CaO	1270
Mg	MgO	1240
Al	Al ₂ O ₃	1100
Si	SiO ₂	830
Cr	Cr ₂ O ₃	750
Zn	ZnO	700
Fe	Fe ₂ O ₃	530
Cu	CuO	300
Sukrose	CO ₂ og H ₂ O	470
Stivelse	CO ₂ og H ₂ O	470
Polyetylen	CO ₂ og H ₂ O	390
Karbon	CO ₂	400
Kull	CO ₂ og H ₂ O	400
Svovel	SO ₂	300

2.1.3 Ekvivalensratio

Som nevnt er en støkiometrisk blanding den blandingen der alt brensel og alle oksidanter konsumeres av forbrenningen. Hvordan en aktuell blanding med brensel og oksidant er sammenliknet med støkiometrisk blanding er nyttighet informasjon. Derfor ble ekvivalensratio til. Ekvivalensratio er definert som følgende:

$$\phi = \frac{\left(\frac{m_{\text{brensel}}}{m_{\text{oksidant}}}\right)_{\text{reell blanding}}}{\left(\frac{m_{\text{brensel}}}{m_{\text{oksidant}}}\right)_{\text{støkiometrisk blanding}}} = \frac{\left(\frac{n_{\text{brensel}}}{n_{\text{oksidant}}}\right)_{\text{reell blanding}}}{\left(\frac{n_{\text{brensel}}}{n_{\text{oksidant}}}\right)_{\text{støkiometrisk blanding}}} \quad (2.2)$$

Har blandingen mindre brensel enn støkiometrisk blanding, og volum er det samme, vil ekvivalensratioen bli under 1,0 og blandingen kalles for en mager blanding. Er det i stedet mer brensel vil ekvivalensratioen bli over 1,0 og blandingen kalles for rik.

2.1.4 Partikkel

Støv består av partikler, men hva er egentlig en partikkel?

Malvern Instruments (2015) definerer en partikkel slik:

På det mest grunnleggende nivået kan vi definere en partikkel som en separat komponent av et stoff. For formålet med dette ["white paper"-et] skal vi begrense definisjonen til å inkludere faste partikler, væskedråper eller gassbobler med fysiske dimensjoner alt fra sub-nanometer til flere millimeter i størrelse.

De vanligste materialene som består av partikler er:

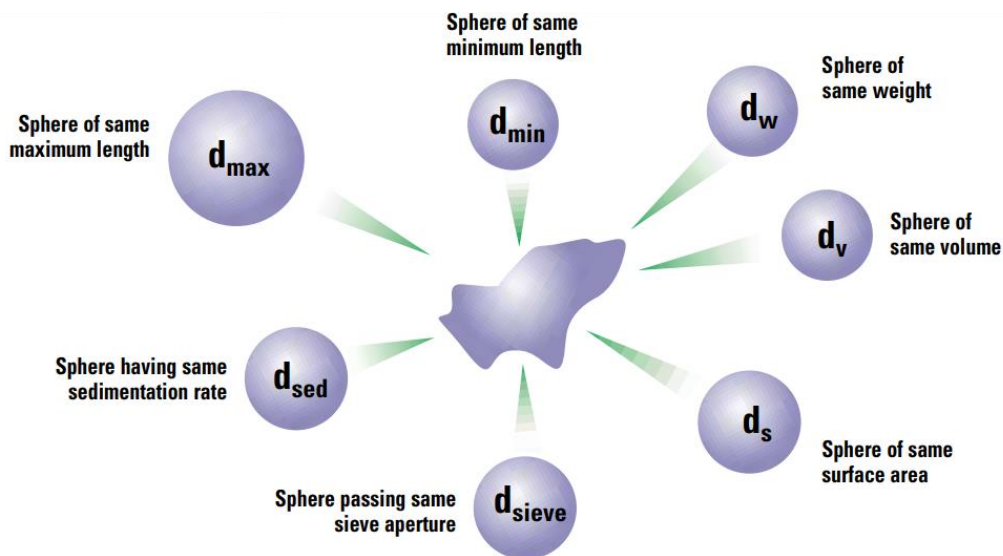
- pulver og granulat som f.eks. pigmenter, sement og farmasøytiske ingredienser.
- suspensjoner, emulsjoner og oppslemming av f.eks. vaksiner, melk og gruveslam
- aerosoler og sprayer som f.eks. astmainhalatorer, plantevernsprayer

2.2 Partikkelstørrelsesanalyse

2.2.1 Forenkling ved å betrakte alle former som en kule

Den akademiske verden handler om å lage forenklinger og modeller av virkeligheten. Fysikere liker å betrakte partikler som kuler, enten det er en pyramide, en kube, sylinder eller ikke minst et lite støvkorn med irregulær form. Hovedgrunnen til dette er at egenskapene til en kule enkelt kan beskrives med ett tall, nemlig diameteren (eller radien).

Metoden for hvordan man konverterer en partikkel til kule kommer an på hva man ønsker å fortelle, hvilke egenskaper som det er viktig å beholde. En prosessingeniør vil gjerne være interessert i partiklens totale volum eller volumet av de største eller minste partiklene. En maskingeniør som jobber med en katalysator ønsker gjerne å hente ut informasjon om den totale overflaten til partiklene. De aktuelle diameterne presentert til prosess- og maskingeniøren må da være forskjellig. Ingen av de ulike metodene er feil, de bare setter søkelys på forskjellige egenskaper. Figur 2-3 viser forskjellige svar for en kules diameter med utgangspunkt i et sandkorn.



Figur 2-3 Forskjellige metoder å måle en partikkel på, gitt hvilken egenskap som er ønskelig å undersøke. (Rawle, 2003)

2.2.2 Persentiler

Et støv består svært sjeldent av partiklene av samme størrelse. Det er derfor nyttig å oppgi maksimum partikkelstørrelse for et gitt prosentvolum av den aktuelle prøven.

Malvern Instruments (2015) beskriver persentiler følgende:

Persentiler er definert som XaB hvor:

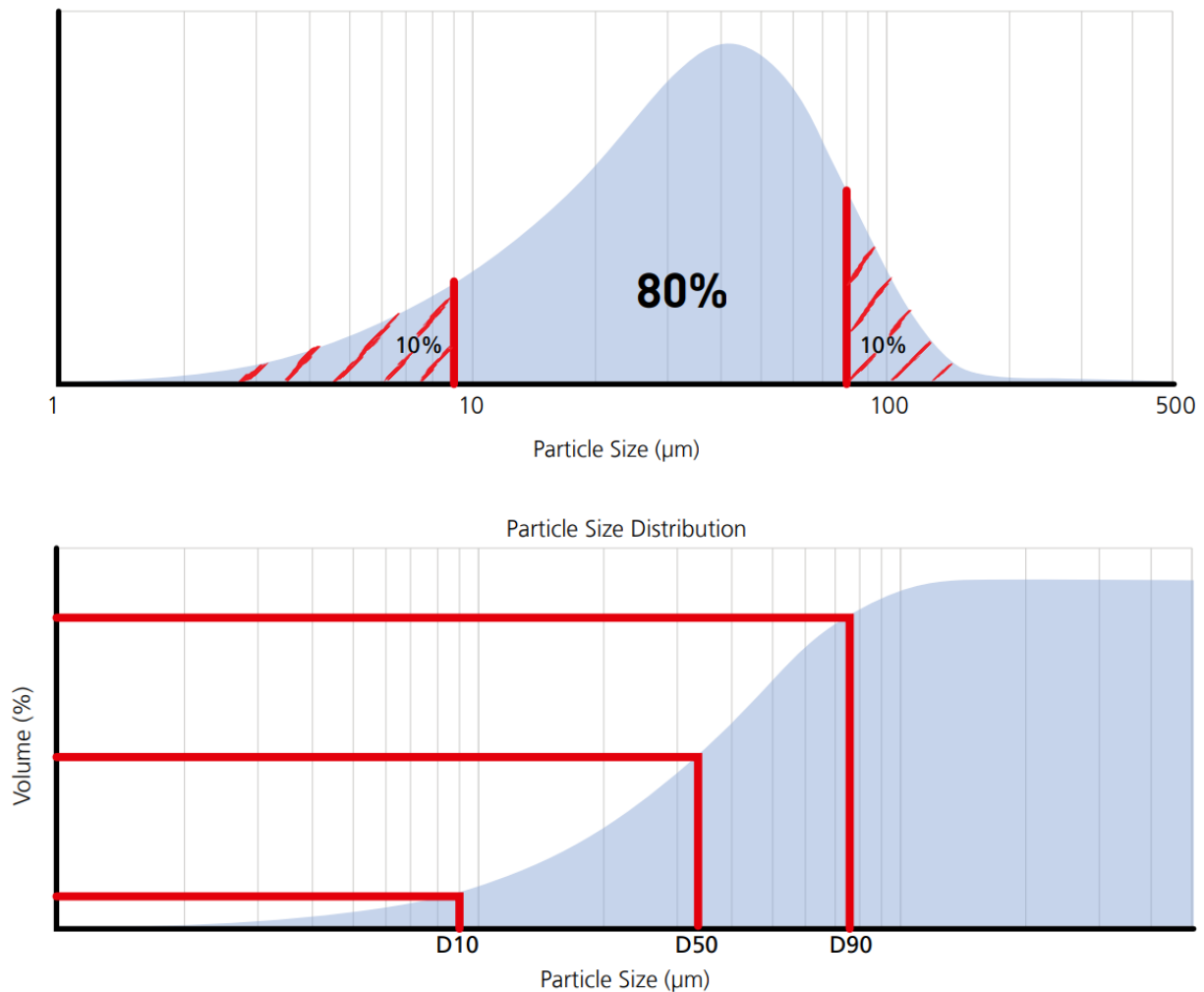
X = parameter, vanligvis D for diameter.

a = fordelingsvektning, f.eks. n for tall, v for volum, i for intensitet.

B = prosentandel av prøve under denne partikkelstørrelsen, f.eks. 50 %, noen ganger skrevet som en desimalbrøk, dvs. 0,5.

For eksempel vil $Dv50$ være den maksimale partikkeldiameteren under hvilken 50 % av prøveløvet eksisterer - også kjent som median partikkelstørrelse etter volum.

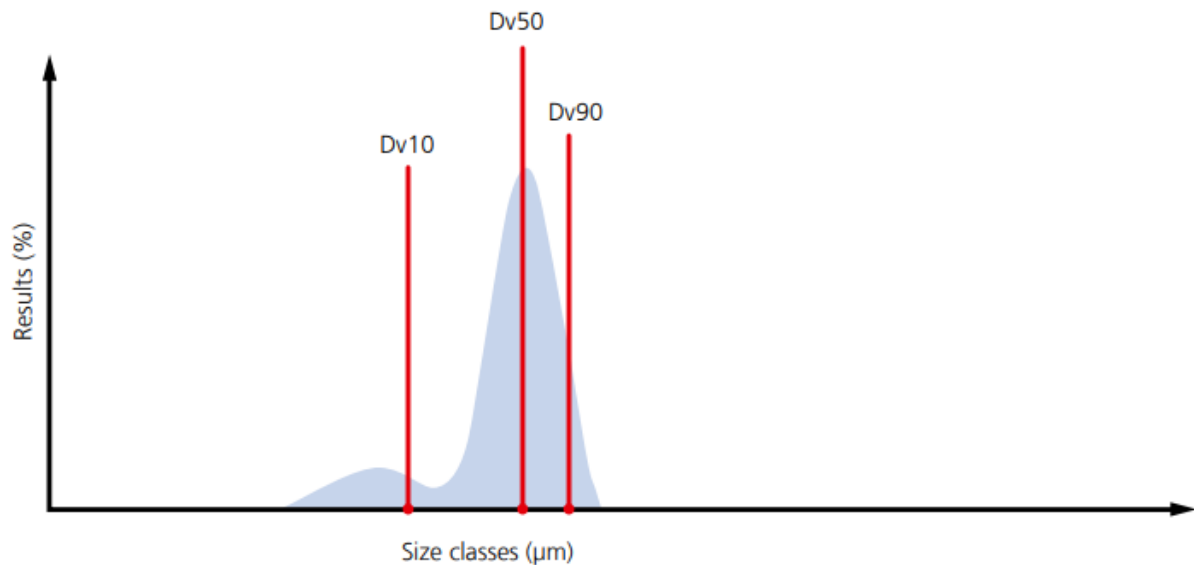
De vanligste persentilene som er rapportert er $Dv10$, $Dv50$ og $Dv90$ som illustrert i frekvens- og kumulativplottene i Figur 2-4. [Det er vanlig å utelate v fra $Dv10$, $Dv50$ og $Dv90$ og heller skrive $D10$, $D50$ og $D90$]



Figur 2-4 Illustrasjon av volumpersentiler som frekvens og kumulativ partikkelstørrelsesfordeling (Malvern Instruments, 2015)

En fabrikk som håndterer fast stoff har gjerne prosessutstyr som er optimalisert for en gitt partikkelstørrelsesfordeling. Ved å overvåke $D10$ -, $D50$ - og $D90$ -parameterene til støvet vil prosessoperatøren bli varslet om signifikante endringer i hovedbolken til partikkelstørrelsesfordelingen, samt endringer i ytterpunktene. Figur 2-5 viser $D10$ -, $D50$ - og $D90$ -verdiene i en partikkelstørrelsesfordeling

der partikkelstørrelsesfordelingen inkluderer en rekke fine partikler. Dette mønsteret og liknende mønstre av fine partiklene i partikkelstørrelsesfordelingen kalles gjerne for en hale av finstoff.



Figur 2-5 Illustrasjon av D10, D50 og D90 for en typisk partikkelstørrelsesfordeling hvor en signifikant andel av finpartikler er til stede (Malvern Instruments, 2015)

2.2.3 Forskjellige gjennomsnitt

Avhengig av hvordan distribusjonsdata samles inn og analyseres kan det defineres flere forskjellige gjennomsnitt. De tre som oftest brukes til partikkelstørrelsesbestemmelse er beskrevet her.

Den generelle matematiske formelen for gjennomsnittet er som følgende:

$$D[a, b] = \frac{\sum_i d^a}{\sum_i d^b} \quad (2.2)$$

Der a og b er konstanter og d er den enkeltes partikkels diameter.

2.2.3.1. Aritmetisk gjennomsnitt: $D[1,0]$, D_{10} eller X_{nl}

Det aritmetiske gjennomsnittet er viktigst når antallet partikler er av betydning. Dette er hva man i hverdagen kaller gjennomsnitt.

$$D[1,0] = \frac{\sum_i d^1}{\sum_i d^0} \quad (2.3)$$

2.2.3.2. Overflatevektet gjennomsnitt: $D[3,2]$, D_{32} eller X_{sv}

Overflatevektet gjennomsnitt ("Sauter Mean Diameter") er mest relevant der spesifikt overflateareal er viktig. Dette gjennomsnittet er sensitiv for de fine partikler i partikkelstørrelsesfordelingen. Eksempler for bruk er reaktivitet, biotilgjengelighet, og oppløsninger.

$$D[3,2] = \frac{\sum_i d^3}{\sum_i d^2} \quad (2.4)$$

2.2.3.3. Volumvektet gjennomsnitt: $D[4,3]$, D_{43} eller X_{vm}

Volumvektet gjennomsnittsdiameter ("De Brouckere mean diameter") gjenspeiler størrelsen på partiklene som utgjør hovedbolken av prøvevolumet. Dette gjennomsnittet er sensitiv for de store partikler i partikkelstørrelsesfordelingen.

$$D[4,3] = \frac{\sum_i d_i^4}{\sum_i d_i^3} \quad (2.5)$$

2.2.3.4 Spesifikt overflateareal

Spesifikt overflateareal (SSA) er en egenskap for faststoff og er definert som materialets totale overflateareal delt på enhet masse. Bruksområder er innen beregninger for bl.a. adsorpsjon og overflatereaksjoner.

$$SSA = \frac{\text{totalt overflateareal [m}^2\text{]}}{\text{masse [kg]}} \quad (2.6)$$

Spesifikt overflate er tettest knyttet til $D[3,2]$.

2.2.3.5 Eksempler på ulike gjennomsnitt

For å vise disse ulike vektete gjennomsnittene kan man se på to partikler med størrelsen 1, 5, 6, 7 og 8 μm . Her vil man få følgende forskjellige gjennomsnitt:

$$D[1,0] = \frac{(1^1 + 5^1 + 6^1 + 7^1 + 8^1) \mu\text{m}^1}{(1^0 + 5^0 + 6^0 + 7^0 + 8^0) \mu\text{m}^0} = \frac{27}{5} \mu\text{m} = 5,4 \mu\text{m}$$

$$D[3,2] = \frac{(1^3 + 5^3 + 6^3 + 7^3 + 8^3) \mu\text{m}^3}{(1^2 + 5^2 + 6^2 + 7^2 + 8^2) \mu\text{m}^2} = \frac{1197}{175} \mu\text{m} = 7,09 \mu\text{m}$$

$$D[4,3] = \frac{(1^4 + 5^4 + 6^4 + 7^4 + 8^4) \mu\text{m}^4}{(1^3 + 5^3 + 6^3 + 7^3 + 8^3) \mu\text{m}^3} = \frac{8419}{1197} \mu\text{m} = 7,26 \mu\text{m}$$

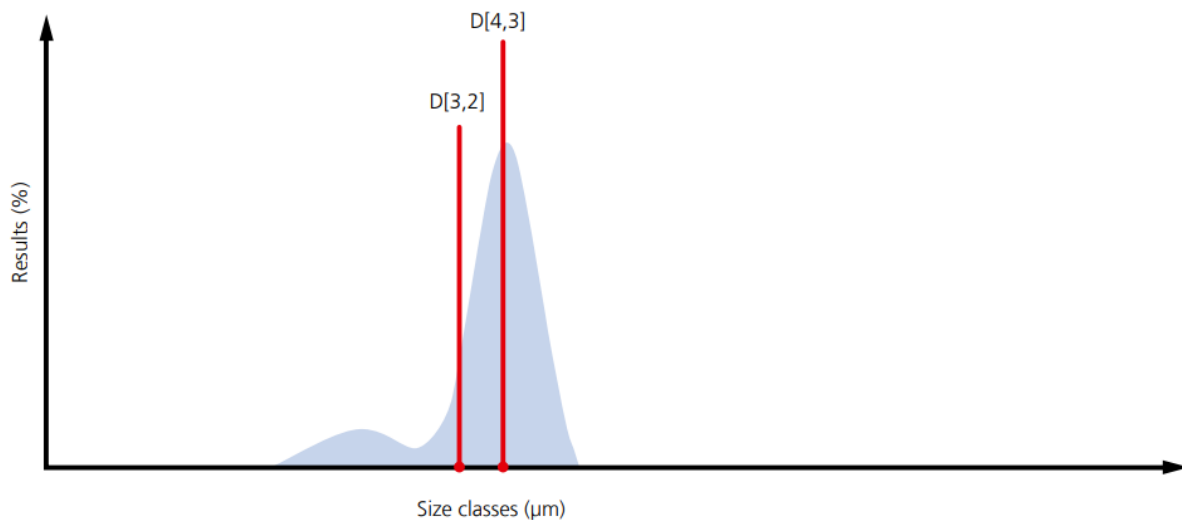
For å finne D_{10} -, D_{50} - og D_{90} -verdier må man regne volumet av partiklene og deretter finne kumulativt volum, og fra kumulativt volum lese av aktuell verdi. Tabell 2-1 viser dette enkle eksempelet.

Tabell 2-2 Beregninger av D_{10} -, D_{50} - og D_{90} -verdier for 5 partikler med diameter 1, 5, 6, 7 og 8 μm

diameter [μm]	Volum [μm^3]	Kumulativt volum [μm^3]	Kumulativt volum [%]	Kommentar
1	0,5	0,5	0,1	
5	65	66	11	D_{10}
6	113	179	29	
7	180	359	57	D_{50}
8	268	627	100	D_{90}

I eksempelet over er $D_{10} = 5 \mu\text{m}$, $D_{50} = 7 \mu\text{m}$ og $D_{90} = 8 \mu\text{m}$. I reelle støvblandinger vil antall partikler være betydelig større, og grensene vil bli tydeligere. D_{90} vil da ikke sammenfalle med D_{100} som over.

Partikkelstørrelsesfordelingen i Figur 2-6 viser et eksempel på volumvektet gjennomsnitt og overflatevektet gjennomsnitt. Skulle formålet være å finne størrelsen til de grove partiklene, som i dette tilfellet utgjør hoveddelen av prøven, vil $D[4,3]$ være mest gunstig. Er formålet å undersøke andel fine partikler kan det være mer hensiktsmessig å bruke $D[3,2]$.



Figur 2-6 Illustrasjon av $D[3,2]$ og $D[4,3]$ for en typisk partikkelstørrelsesfordeling hvor en signifikant andel av finpartikler er til stede (Malvern Instruments, 2015)

2.3 Representativ prøvetaking

I denne masteroppgaven er partikkelstørrelsesfordeling sentralt, og prøvene som testes bør så godt som mulig representere stoffet som utforskes. Eksperimentene testes over flere konsentrasjoner og forsøkene repeteres, og det er essensielt at partikkelstørrelsesfordelingen er mest mulig lik gjennom alle forsøkene.

Hvordan man skal ta gode prøver er et eget fagfelt "Theory of sampling" (TOS).

2.3.1 Nøtter som et eksempel

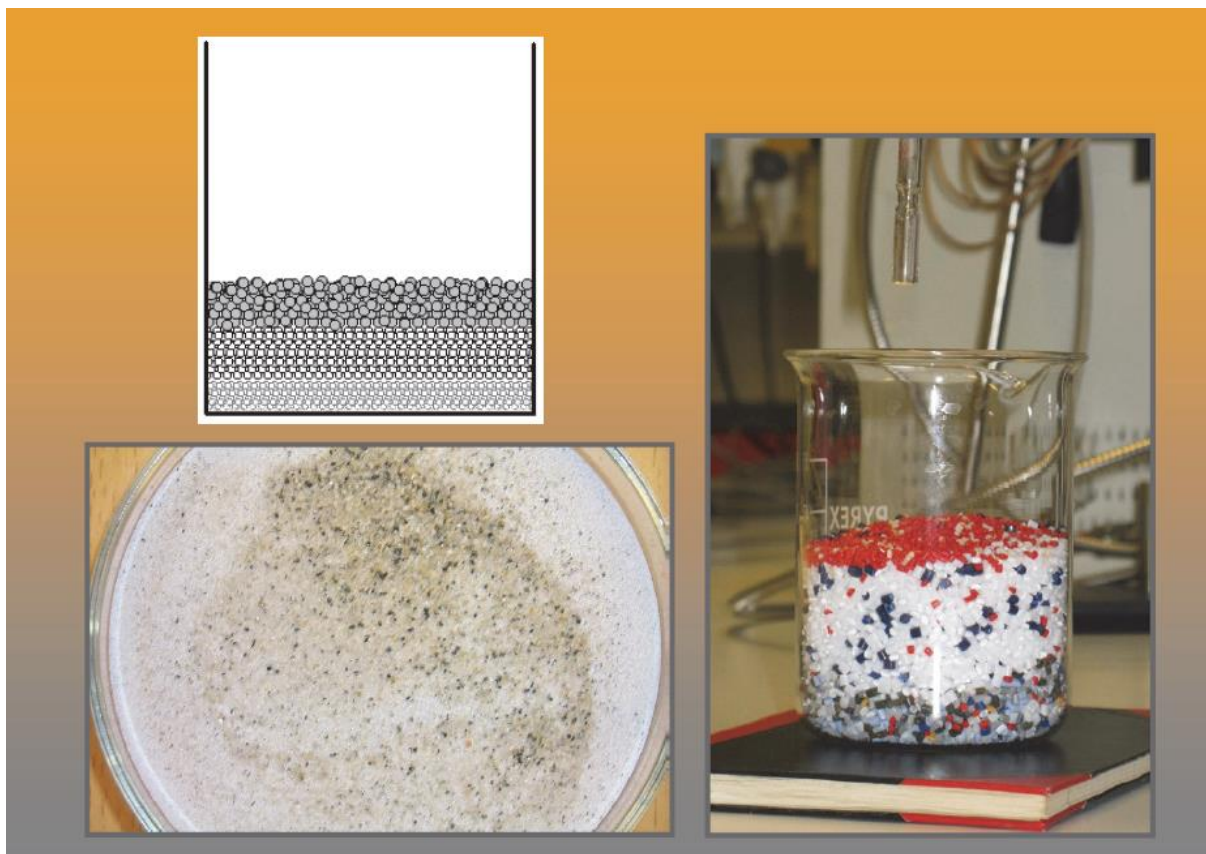
Ved juletider er det hyggelig å sitte ved en peis med nøtteknekkeren og en liten pose nøtter. Den enkelte person har gjerne sin favoritt og en tanke som kan slå en under kosen er å finne ut hvilke sorter nøtter som finnes i nøtteposen, og hvor mange det er av hver sort. En typisk nøtteblanding består av runde små hasselnøtter, middels store mandler, store paranøtter og valnøtter. Med kun én pose å undersøke er det enkelt å finne fasiten, da man bare kan helle posens innhold utover bordet og telle alle nøttene. Skulle man øke volumet til en bøtte blir dette bare en større jobb, men fortsatt mulig. Har man derimot et lastebillass med nøtter så begynner det å bli en umulig utfordring. Så man må ta en prøve og deretter anta at prøven representerer blandingen og fordelingen i lastebillasset. Hvor god den antakelsen er kommer helt an på kvaliteten på prøven, som hvor og hvordan prøven er tatt og antall gjentakelser.

En av utfordringene er at vi vil finne de store paranøttene og valnøttene typisk på toppen, mens de mindre hasselnøttene vil være på bunnen. Dette heter segregering og er en form for sortering. En prøve tatt fra toppen av lastebillasset vil avvike betydelig fra en prøve tatt midt i lasset eller på bunn.

For oss rundt peisen så er nøttefordelingen bare prat, mens for en leverandør eller produsent er det viktig kvalitetskontroll. De har kontrakter å levere i henhold til, og kostnader å ta hensyn til. Hver pakket pose fra lastebillasset skal inneholde en gitt fordeling av de enkelte nøttypene.

2.3.2 Støvpartikler

Utfordringene med prøvetaking av nøtter gjelder også for prøvetaking av støv. Vi går fra å ha partikler på 1 - 5 cm til kanskje 1 - 1500 μm . Segregering er like aktuelt da vibrasjoner og risting virker inn på støvpartikler som på nøtter. I tillegg vil agglomerering kunne forekomme. Partiklene vil generelt ikke ligge jevnt fordelt over hele prøven, se Figur 2-7.



Figur 2-7 Illustrasjoner av segregering av partikler i laboratoriet. (Esbensen & Wagner, 2016)

2.3.3 Representativ prøve

Det er ønskelig at en prøve gjenspeiler virkeligheten med tilsvarende fordeling av partikler med forskjellige partikkelstørrelser. Man kan reversere segregering ved å blande prøven. Utfordringen er å ikke lage en ny sortering. Malvern Instruments' (2007) brukermanual for Malvern Mastersizer 2000 anbefaler derfor at en tørr støvprøve som er lagret i en flaske eller beholder skal blandes grundig. Beholderen skal ikke ristes da det segregerer støvprøven mer. Beholderen holdes i begge hender og roteres forsiktig samtidig som beholderens opp-retning kontinuerlig endres, f.eks. ved å løfte og senke den ene hånden. Dette utføres i ca. 20 sekunder. Metoden fungerer best hvis beholderen er halvfull.

Esbensen og Wagner (2017) anbefaler at når en representativ prøve skal splittes ned i flere små prøver så skal en "riffle splitter" benyttes, eller enda bedre en roterende splitter. Prøvetaking med spade på overflaten må unngås da overflaten ikke gir et representativt bilde av hva som er under overflaten. Støvlabben ved UiB har ikke slikt utstyr tilgjengelig.

2.4 Kjemiske formler

Den stabile formen for silisiumforbrenning med tilstrekkelig oksygen til stede gir følgende reaksjonslikning.



Silisiumdioksid (SiO_2) er et hvitt stoff. Når oksygen blir begrensende faktor, er modellen at man får hovedsakelig silisiummonoksid (SiO) som produkt.



Silisiummonoksid er ikke stabilt ved lavere temperatur og trykk, og ved kondensasjon vil SiO-molekyler reagere og danne Si og SiO_2 . Dette vil vises som brunt kondensat. SiO_2 er hvitt og Si er mørkgrå.



Dette innebærer at $\text{SiO}_{(g)}$ i gassfase kan betraktes som et mellomprodukt i en forbrenning fra Si til SiO_2 og $\text{SiO}_{(g)}$ i gassfase driver trykkøkningen i tillegg til oppvarming av luften. Elektronmikroskopbilder (Skjold, 2003) av forbrenningsproduktene viser at partiklene er små og med stort overflateareal. Hadde reaksjonen skjedd i flytende tilstand ville overflaten av produktene vært jevn og partiklene vært større. Dette er ikke observert. Dette medfører at den mest enkle måten å forstå eksplosjoner i et lukket system med homogen forbrenning på er å benytte den ideelle gassloven.

2.5 Den ideelle gassloven

Den ideelle gassloven er definert som følgende:

$$PV = nRT \quad (2.10)$$

$$PV = \frac{m}{M} RT \quad (2.11)$$

der det absolutte trykket, P , multiplisert med volumet, V , er proporsjonalt med produktet av antall mol, n , og temperaturen, T . Konstanten R er den ideelle gasskonstanten. Antall mol, n , kan regnes ut fra masse, m , og molarmassen, M .

Man kan så ta den ideelle gassloven og dele tilstanden etter eksplosjon(produktene) med tilstanden før eksplosjon (reaktantene). Volumet før og etter eksplosjonen er den samme og kan strykes.

$$\frac{P_p}{P_r} = \frac{n_p T_p}{n_r T_r} \quad (2.12)$$

Og siden P_p er maksstrykket som finnes eksperiment erstattes den med P_m , reaktantene er utgangspunkt, så man kan erstatte notasjonen med P_0 og T_0 .

$$\frac{P_m}{P_0} = \frac{n_p T_p}{n_r T_0} \quad (2.13)$$

For den typiske støvulykken vil oksidanten være luft og siden luft består av 79 % nitrogen vil antall mol før og etter forbrenningen være tilnærmet likt. Dette betyr at i et lukket system kan man forenkle videre til:

$$\frac{P_m}{P_0} \approx \frac{T_p}{T_0} \quad (2.14)$$

Konsentrasjon defineres som:

$$c = \frac{m}{V} \quad (2.15)$$

$$m = n M$$

$$c_{støv} = n_{si} \frac{M_{si}}{V} \quad (2.16)$$

der c = konsentrasjon, m = masse, V = volum, n = mol, m = masse og M = molar masse.

2.6 Støvekspløsjoner

2.6.1 Teori for eksplosjoner i testkammeret og støvklassifisering

Kubikksrotloven og bestemmelse av eksplosjonsindeksen K_{st}

For å bestemme det maksimale eksplosjonstrykket, P_{maks} , og den maksimale trykkstigningshastigheten, $(dP/dt)_{maks}$, benyttes lukket standardutstyr (typisk 1 m³ eller et 20-l-kammer) og testene utføres over et bredt område av konsentrasjoner.

Mens maksimumstrykk kan bestemmes nærmest uavhengig av volumet til eksplosjonskammeret, så lenge kammerets geometri er enten sfærisk eller kubisk og kammerets volum er av tilstrekkelig størrelse ($V \geq 20$ l), er den maksimale trykkstigningshastigheten avhengig av kammerets volum. Trykkstigningshastigheten avtar med stigende volum. For å da kunne benytte det mindre kammeret med volum 20 l har (Siwek, 1977) kommet med Kubikksrotloven som kompenserer og gir samme verdier som kammer med volum 1 m³.

Kubikksrotloven lyder som følgende:

$$V[\text{m}^3]^{\frac{1}{3}} \times \left(\frac{dP}{dt}\right)_{maks} [\text{bar s}^{-1}] = K_{maks} [\text{m bar}^{-1}] \quad (2.17)$$

Det betyr også at for et kammer med volum på 20 liter kan man multiplisere $\left(\frac{dP}{dt}\right)_{maks}$ med en faktor på 0,27144 for å finne K_{st} . For støv blir K_{maks} gjerne kalt K_{st} .

Enheter

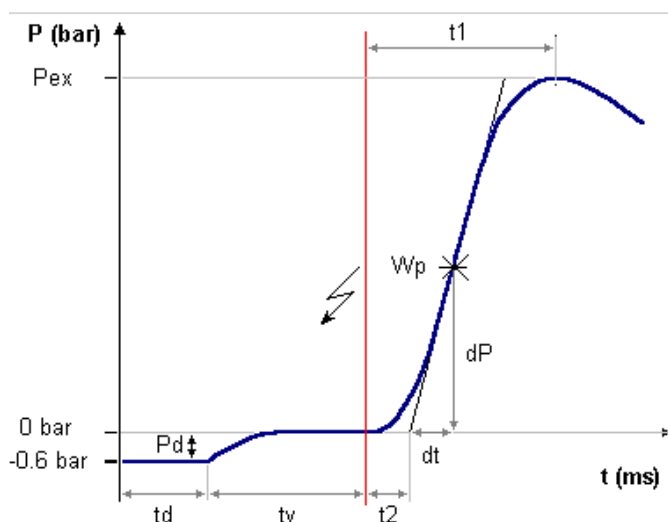
Si-enheten for trykk er Pascal (Pa). Innenfor støvekspløsjoner er det vanlig å benytte enheten bar.

$$1 \text{ bar} = 10^5 \text{ Pa}$$

Eksplosjonsparameterne $(dP/dt)_m$ og $(dP/dt)_{maks}$ vil bli presentert i bar s⁻¹

Trykk-tid-kurve

Ved antenning av støv i eksplosjonskammer vil trykk-tid-kurven se ut som i Figur 2-8. Kammeret vil først ha et undertrykk på -0,6 barg før støv blåses inn i kammeret fra reservoaret for deretter tennes etter en bestemt forsinkelsestid. Påfølgende eksplosjon danner et overtrykk som når et maksimaltrykk før trykket deretter sakte minsker.



Figur 2-8 Trykk-tid-kurve for eksperiment i eksplosjonskammer (Cesana & Siwek, 2020). Interessante punkter er vendepunktet, W_p som angir $(dP/dt)_{maks}$, maksimumet P_{ex} og t_v som angir forsinkelsestid til antenning (60 ms i kammer med volum 20 l).

Støvklassifisering

Da en stor mengde støv må vurderes har industrien kommet opp med en klassifisering som beskriver alvorlighetsgrad. Tabell 2-3 viser disse klassifiseringene.

Tabell 2-3 Støvekspløsjonsklasser

Støvekspløsjonsklasse	K_{st} [m bar s ⁻¹]	Kommentar
St 0	0	Eksploderer ikke
St 1	> 0 – 200	Svak eksplosjon
St 2	201 – 300	Sterk eksplosjon
St 3	> 300	Veldig sterk eksplosjon

2.6.2 Kammer med volum på 20 liter mot 1 m³

Forsøk har vist at ved lave konsentrasjoner eller med svakt antennelig støv så er Kubikksrotloven upresis og kammeret med volum 1 m³ anbefales. Ved forsøk for å bestemme laveste eksplosjonsgrense (LEL) bør kammeret på 1 m³ benyttes da det gir bedre presisjon.

Nyeste forskning (van Wingerden, 2019) viser at for utforming av eksplosjonsverntiltak for lette metaller som silisium så vil 20-liters kammeret vise for lave K_{st} -verdier. Det er dermed anbefalt å teste lette metaller i eksplosjonskammer med volum på 1 m³. Alternativt så anbefales det å multiplisere K_{st} -verdiene funnet i 20-liters kammer med en faktor på to.

2.7 Entalpi

Entalpi er en termodynamisk tilstandsfunksjon og representeres med symbolet H . Liten h er spesifikk entalpi og er entalpi per masse. Den har benevnningen J/kg. I denne oppgaven benyttes h for molar entalpi, entalpi per mol, som har benevnningen kJ/mol.

Entalpi er definert som:

$$H = U + PV \quad (2.18)$$

Der H er entalpi, U er systemets indre energi, P er trykk og V er volum.

For et heterogent system er entalpien lik summen av alle komponenters subsystemers entalpier.

$$H = \sum_k H_k \quad (2.19)$$

der H er den totale entalpien av subsystemene, k er det enkelte subsystem og H_k er sub-systemets entalpi.

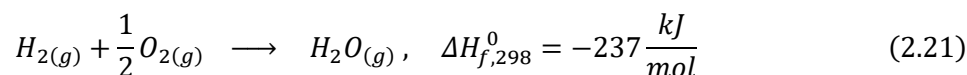
Termodynamikkens første lov

Den totale entalpien er umulig å måle; det eneste som kan måles er endringen i entalpi. Den indre energien er lik summen av varme og arbeid. Arbeidet som utføres er trykket på volumet.

$$dU = dQ - PdV \quad (2.20)$$

Hess' lov sier at entalpi er en tilstandsfunksjon, altså at en reaksjons entalpiendring er uavhengig av reaksjonsveien.

Standardbetingelser defineres som $P = 1$ bar og $T = 298$ K. Entalpiendringer under standardbetingelser kalles standard entalpiendring, ΔH^0_{298} . Entalpiendringen for dannelse av en forbindelse fra grunnstoffene betegnes ΔH^0_f eller $\Delta_f H^0$ og for 298 K $\Delta H^0_{f, 298}$ eller $\Delta_f H^0_{298}$. Et eksempel er reaksjonen der hydrogen reagerer med oksygen:



Entalpien til grunnstoff i sin mest stabile form ved standardbetingelser, $P = 1,0$ bar og $T = 298$ K, er definert lik 0.

$$\Delta H_{f,298}^0 = 0$$

Ved en kjemisk reaksjon kan man finne reaksjonens entalpi ved å trekke summen av entalpiene til reaktantene fra summen av entalpiene til produktene. Er entalpien, $\Delta_r H$, negativ vil det bli frigjort energi.

$$\Delta_r H = \sum_{\text{produkter}} H - \sum_{\text{reaktanter}} H \quad (2.22)$$

Dette kan skrives om til dannelsesentalpi fra grunnstoffene.

$$\Delta_r H = \sum_{\text{produkter}} \Delta_f H - \sum_{\text{reaktanter}} \Delta_f H \quad (2.23)$$

Entalpi kan beregnes fra tabulerte standard dannelsesentalpier.

$$\Delta_r H^0 = \sum_{\text{produkter}} \Delta_f H^0 - \sum_{\text{reaktanter}} \Delta_f H^0 \quad (2.24)$$

Entalpi som funksjon av temperatur

Entalpi kan også skrives som en funksjon av temperatur.

Kirchhoffs lov:

$$c_p = \left(\frac{dh}{dT} \right)_p \quad (2.25)$$

der c_p er varmekapasitet under konstant trykk, P .

Man kan skrive entalpi på polynomform, her ved annengradspolynom:

$$h_k = h_{f,k}^0 + \int_{T_0}^T c_{p,k} dT = h_{f,k}^0 + a_k T + \frac{b_k}{2} T^2 - d_k \quad (2.26)$$

Eventuelt:

$$\Delta h_k = \int_{T_0}^T c_{p,k} dT = a_k T + \frac{b_k}{2} T^2 - d_k \quad (2.27)$$

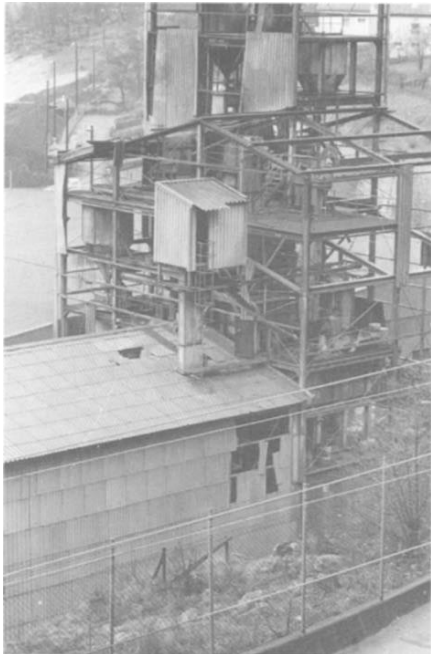
Der a_k , b_k og d_k er konstanter, og $h_{f,k}^0$ er dannelsesentalpi.

2.8 Eksplosjonsulykker

2.8.1 Silisiumstøvulykken i Bremanger

Tettstedet Bremanger ble i 1972 offer for en alvorlig ulykke hos hjørnesteinsbedriften Elkem som produserer silisium for verdensmarkedet. Fem mennesker døde, fire ble alvorlig skadet og det var store materielle skader. Elkem hadde stengt ned mølleseksjonen i silisiumfabrikken for vedlikehold, men

systemet for støvavsug var fortsatt i drift. Eksplosjonen som oppsto bøyde eller sprakk metallet i det meste av prosessutstyret og blåste ut så å si alle panelveggene i fabrikk. Figur 2-9 viser omfattende skader på bygningen. Øyenvitner forteller om et veldig skarpt lys, nesten hvit i farge og personer over 100 meter unna ble brannskadet. Dette stemmer overens med forbrenning av metaller der silisium, som magnesium og aluminium, brenner med en svært høy temperatur.



Figur 2-9 Totalt ødelagt mølleseksjon ved silisiumstøvproduksjonen ved Bremanger etter ulykken i 1972 (Eckhoff, 2003)

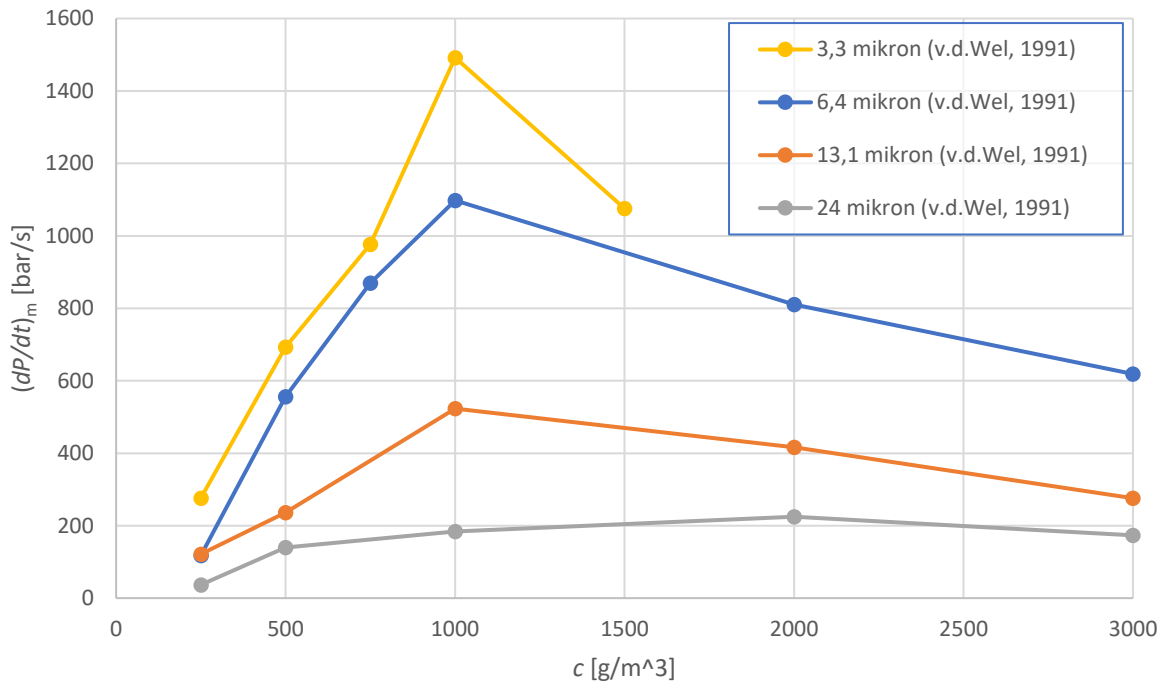
Eckhoff (2016) beskriver et trolig hendelsesforløp. Etterforskningen avdekket et lite hull i et stålrør for transport av silisumpulver fra en de mekaniske siktene til en underliggende silo. Ved siden av hullet, omtrent en meter fra, ble en skjærebrenner med åpne ventiler til flaskene med acetylen og rent oksygen funnet. Ifølge Kjerpeseth (personlig kommunikasjon med R. K. Eckhoff, 1990) var det skjærebrenneren som sannsynligvis hadde forårsaket ulykken. Innsiden av røret hadde trolig ikke blitt rengjort før gjennomhulling og et fint lag med støv hadde blitt virvlet opp og straks antent da skjærebrenneren slo gjennom metallet. Trykkbølgene fra primærekspløsjonen virvlet opp støv i andre deler av fabrikk og eksplosjonen propagerte til hele bygningen med silikonmøllen. Møllen ble ikke gjenoppbygget.

2.9 Tidligere arbeid

Det finnes lite publiserte artikler på partikkelstørrelsesfordelingens påvirkning på eksplosjonsparametere.

2.9.1 Artikkel fra Van der Wel et al. (1991)

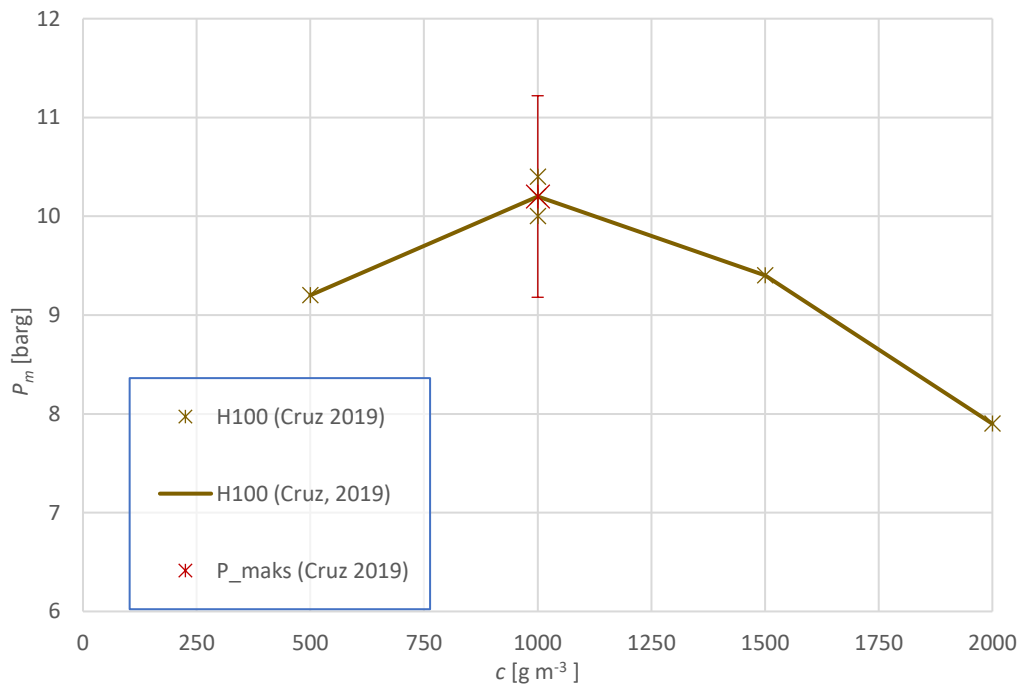
Van der Wel et al. (1991) undersøkte eksplosiviteksindeksen (K_{st}) for flere stoffer og/eller over ulike partikkelstørrelsesfordelinger ved forskjellige konsentrasjoner i et standard Siwek-kammer med volum på 20 liter. Figur 2-10 viser resultatene omregnet fra K_{st} til $(dP/dt)_m$. De var ikke i stand til å finne partikkelstørrelsesavhengigheter. Den kjemiske komposisjonen av silisium-stoffet er ikke beskrevet.



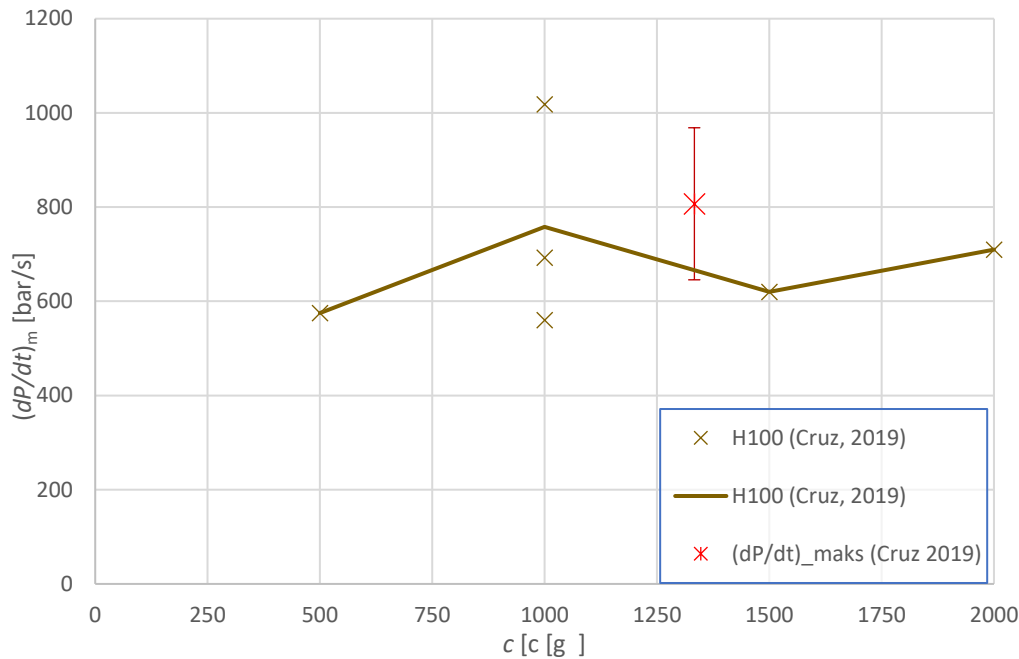
Figur 2-10 Maksimum trykkstigningshastighet for silisiumstøv, $(dP/dt)_m$, med silisiumstøv med forskjellig partikkelstørrelsesfordeling (van der Wel et al., 1991)

2.9.2 Tidligere kunnskap om silisiumprøve

Cruz (2019) utførte tester på et silisiumstøv tilsvarende silisiumstøvet som defineres som Stoff H (H100) i kapittel 3.3. Med samme parametere som benyttes i denne oppgaven oppnådde han resultatene vist i Figur 2-11 og Figur 2-12. Etter tre repetisjoner ved $c = 1000 \text{ g m}^{-3}$ har Cruz funnet $(dP/dt)_{maks} = 807 \text{ bar s}^{-1}$ og $P_{maks} = 10,2 \text{ barg}$.



Figur 2-11 Maksimumstrykk, P_m , for silisiumstøv tilsvarende støv benyttet i denne oppgaven, stoff H (Cruz, 2019). Det er utført tre repetisjoner utført ved $c = 1000 \text{ g m}^{-3}$ og grafen viser snittverdiene. P_{maks} er bestemt av snittet de tre høyeste verdiene. Y-grafen er trunkert ved 6 barg.



Figur 2-12 Maksimum trykkstigningshastighet, $(dP/dt)_m$, for silisium tilsvarende silisiumstøv benyttet i denne oppgaven, stoff H (Cruz, 2019). Tre repetisjoner ble utført ved $c = 1000 \text{ g m}^{-3}$ og grafen viser snittverdiene. Makspunktets posisjon er bestemt av snittet de tre høyeste verdiene. Usikkerheten settes høyere enn standard grunnet få undersøkte konsentrasjoner.

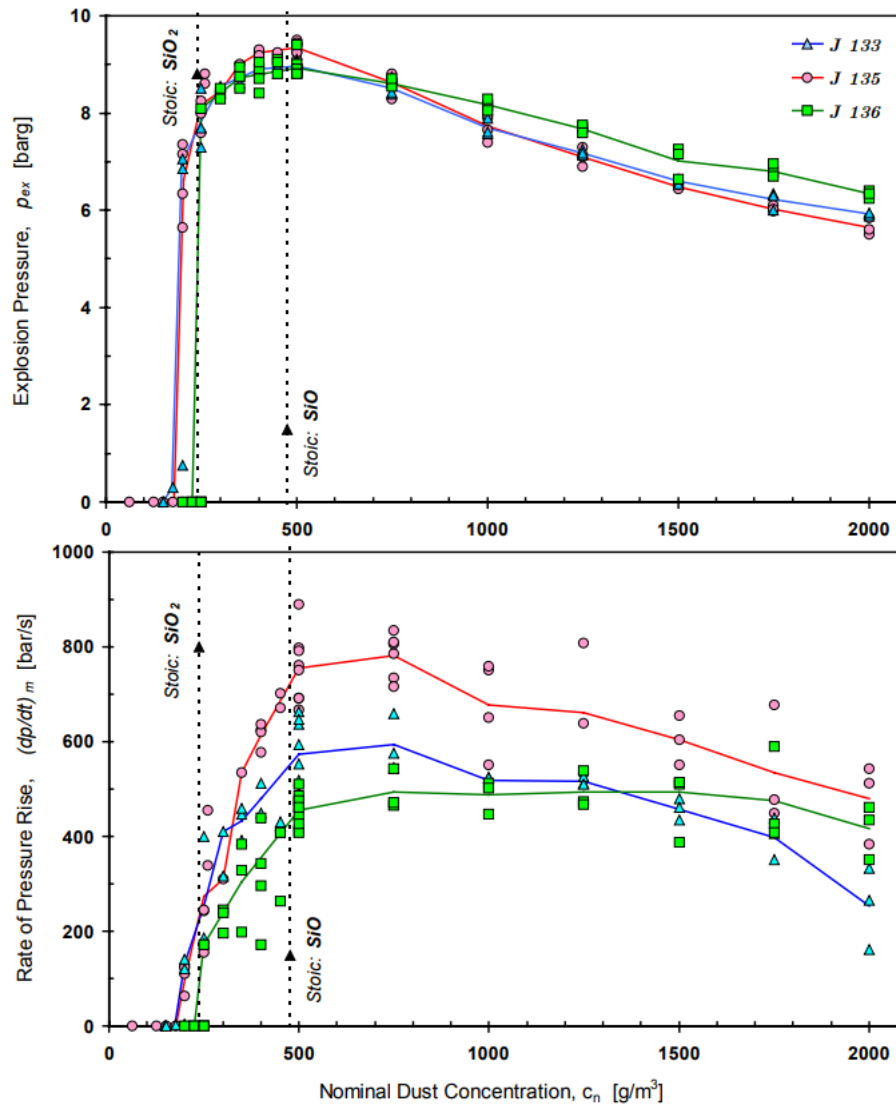
Vanninnholdet til stoff H ble funnet å være 0,42 % (Larsen, 2018).

2.9.3 Masteroppgaven til Skjold (2003)

Skjold (2003) så på en rekke eksplosjonsparametere, både på gass og støv, i et kvadratisk eksplosjonskammer og et modifisert USBM-kammer. Her undersøkte han også parameterne til silisiumstøv som hadde ulik partikkelstørrelsesfordeling og for enkelte støv ulike konsentrasjoner. Tennkilden var elektrisk lysbue og enkeltskudd ved $c = 500 \text{ g m}^{-3}$ med to 5 kJ kjemiske tennere. Aktuelle data vises i Tabell 2-4 og Figur 2-13.

Tabell 2-4 Utvalgte eksplosjonsdata for silisiumstøv utført med to kjemiske tennere (5 kJ) ved konsentrasjonen $c = 500 \text{ g m}^{-3}$, samt data for partikkelstørrelsesfordelingen (Skjold, 2003)

stoff:	c [g m ⁻³]	P_{ex} [barg]	P_m [barg]	K_{st} [m bar s ⁻¹]	$(dP/dt)_m$ [bar s ⁻¹]	$D50$ [µm]	$D10$ [µm]	$D90$ [µm]	$D[3,2]$ [µm]	$D[4,3]$ [µm]
J133	500	9,2	9,9	170	622	3,78	1,25	8,7	2,46	4,35
J134	500	9,2	9,9	220	803	4,01	1,30	6,3	2,47	3,90
J135	500	9,2	9,9	276	1008	4,69	1,55	10,2	3,34	5,55
J136	500	9,0	9,7	170	621	11,48	2,95	23,6	6,93	12,5
J137	500	8,9	9,6	160	585	11,55	5,0	21,0	8,95	12,5
J138	500	8,8	9,5	132	484	15,51	4,8	32,3	9,98	17,7
J139	500	8,6	9,2	112	410	16,36	5,1	37,0	10,98	19,5
J140	500	8,5	9,1	96	351	17,92	4,9	43,1	10,71	21,9
J141	500	8,5	9,1	86	315	18,69	4,5	51,6	9,87	24,2



Figur 2-13 Eksplosjonsdata for støvene J133, J135 og J136 over en rekke konsentrasjoner med elektrisk lysbue som tennkilde (Skjold, 2003)

2.9.4 Simuleringsverktøyet FLACS DustEx

Det norske selskapet Gexcon har utviklet et simuleringsverktøy for gaseksplosjoner som heter FLACS, hvor empiriske korrelasjoner mellom flammehastigheter og parametere som beskriver strømmingen benyttes for å modellere forhåndsmikset forbrenning i gassblandinger. Simuleringskoden er verifisert mot empiriske data funnet i små- og storskala forsøk ved Gexcons fasiliteter og data publisert av samarbeidspartnere. Med utgangspunkt i FLACS har DESC-prosjektet oppstått i et multinasjonalt samarbeid (Skjold, 2007), der simuleringskode ble skrevet og knyttet med empiriske data. Parametere som laminær og turbulent flammehastighet ble forsøkt funnet, men disse viste seg å være avhengig av andel uforbrent materie som det var vanskelig å anslå. Basert på en rekke antakelser ble det laget en kode for å finne uforbrent andel støv. DESC er nå omdøpt til FLACS DustEx. FLACS DustEx har gode empiriske data på organiske støv, men mangler empiriske data på metaller.

2.9.5 Data fra Elkem (internt dokument, 2022)

Elkem (internt dokument, 2022) har gjort tilgjengelig eksplosjonsparametere fra et internt dokument av 22. april 2022 for en rekke støv samt partikkelstørrelsesfordeling til disse. Aktuelle parametere er vist i Tabell 2-5.

Tabell 2-5 Utvalgte eksplosjonsparametere og partikkelstørrelsesfordeling på en rekke silisiumstøv fra Elkem (internt dokument, 2022)

Stoff:	c [g m ⁻³]	P_{maks} [barg]	K_{st} [mbar/s]	$(dP/dt)_{\text{maks}}$ [bar/s]	$D50$ [μm]	$D10$ [μm]	$D90$ [μm]	$D[3,2]$ [μm]
E11		8,14	166	613	13,01	2,24	31,46	
E27		8,3	153	562	10,70	2,31	27,80	
E28		8,7	132	485	3,44	1,26	7,064	
E29		8,4	102	377	13,84	3,93	33,46	
E30		8,1	83,0	306	27,31	4,70	105,8	
E31		8,2	121	444	26,3	5,74	68,7	
E52		4,4	23,1	85	35,0	16	59,0	28
E58	1000	6,1	31,8	117	29,9	9,8	73,4	20,3
E59		7,0	57,3	211	27,7	9,5	63,4	19,4

3 Eksperimentoppsett, materialer og prosedyrer

3.1 Eksplosjonskammeret ved UiB

Alle eksperimentene ble utført i 20-liters eksplosjonskammeret som Skjold designet i 2001 for bruk i hans masteroppgave ved UiB (Skjold, 2003). Kammeret, som vist i Figur 3-1, er et modifisert USBM-kammer med volum på 20 liter, hvor kuleformen til en standard 20-liter Siwek-kule er svakt endret ved å legge til et lokk. Lokket gir en enklere adgang for å rengjøre kammeret og erstatte tennere.

Det indre volumet ble etter vannfylling funnet til å være $20,5 \pm 0,02$ liter og hele kammeret er bygget av rustfritt stål i USA etter amerikanske standarder. Brannvesenet i Bergen har sertifisert kammeret opp til 27 bar(g).

Tilkoblede sensorer er to piezoelektriske trykksensorer (Kistler 701A), men kammeret ble designet for å også benytte oksygenmålere, infrarødt pyrometer og optisk støvsone. Det er dobbelt med trykksensorer for å redusere måleusikkerhet og sikre redundans. Vannkjøling ble planlagt, men er så langt ikke iverksatt.

En oversikt over kammeret og noe av det tilkoblede måleutstyret er vist i Figur 3-1. Tegning vises i Tillegg A3. Legg merke til at den elektriske lysbuen er erstattet med kjemiske tennere. Tennerne styres elektronisk av KSEP 310 enheten som igjen styres av KSEP-programvaren fra Kühner på en Windows PC via en seriellkabel (RS232).



Figur 3-1 Bildet av oppsettet. Fra venstre til høyre: avtrekksslange opp til ventilasjon; eksosventil; 20-liter kammer med lokk; ventil til juletre; juletre; festet til juletre er ventil nedover til vakuumpumpe, til høyre nåleventil, to ventiler for tilkobling av gass og ventil til trykksensor på veggen. Nedenfor juletreet er reservoaret som er tilkoblet trykksensor på veggen. Ikke på bildet er måle- og styreenheten, vakuumpumpen og trykkluftflasken.

3.1.1 Måle og styresystemet

Måle og styreenhetene er hentet fra oppsettet til Siwek kammer med volum på 20-liter. Elektronikken består av måle- og kontrollsystem (KSEP 332) og kontrollenhet (KSEP 310). Disse kontrollerer innblåsing av støv, utløsning av tennkilder og innsamling av data fra to piezoelektriske trykksensorene.

3.1.2 Signalforsterkeren

Ladningen som de to piezoeletriske sensorene danner blir omformet og forsterket til en korresponderende spenning. Hver sensor er unik med sensitivitet mellom 0 til 25 bar og blir levert fra fabrikken med kalibreringsskjema for innstilling av forsterkeren. Ved hjelp av følgende formel bestemmes innstillingene.

Forsterking:

$$A \cdot 10^N [\text{pC}] = 20 [\text{bar}] \cdot K \left[\frac{\text{pC}}{\text{bar}} \right] \quad (3.1)$$

der K = er sensorens sensitivitet fra kalibreringsskjemaet, A forsterkningen og N potens

Eksempel:

$$\begin{aligned} K &= 79,1 \frac{\text{pC}}{\text{bar}} \\ 20 \text{ bar} \times 79,8 \frac{\text{pC}}{\text{bar}} &= 1582 \text{ pC} \\ 1582 \text{ pC} &= 158 \times 10^1 \text{ pC} \\ \text{innstillingen blir da} &= 158 / 1 \end{aligned}$$

forsterkingen blir i dette tilfelle $A = 158$ og $N = 1$, og skrives inn som $158 / 1$ på enheten.

De to sensorene koblet til UiBs utstyr har sensitivitet $K = 79,1 \text{ pC/bar}$ og $K = 80,9 \text{ pC/bar}$ som gir forsterkerinnstillingene $158 / 1$ og $162 / 1$.

3.1.3 Tennere

Kjemiske tennere fra Fr. Sobbe GmbH benyttes som tennkilde. Tennere med energi 5 kJ er vist i Figur 3-2. Den industrielle standarden for å finne P_{maks} og $(dP/dt)_{\text{maks}}$ (K_{st}) krever bruk av to 5 kJ kjemiske tennere. Standarden for å bestemme LEL krever to 1 kJ tennere.



Figur 3-2 Kjemiske tennere på 5 kJ fra Fr. Sobbe GmbH

3.2 Korreksjonsfaktorer for eksplosjonsdata

Korreksjon for når eksplosjonstrykket (P_{ex}) overstiger 5,5 barg

Grunnet mindre gunstige overflate til volum-forhold vil eksplosjonstrykket målt i 20-literen være lavere enn trykket målt i et kammer med volum 1 m^3 . Kammerveggen vil kjøle ned gassene og slik redusere det maksimale trykket. Basert på sammenlikninger av eksplosjonstrykk målt i kammer med 20-liter og

1 m³ har man kommet frem til følgende korreksjonsfaktor når trykket overstiger 5,5 barg (Cesana & Siwek, 2020).

$$P_m = 0,775 P_{ex}^{1,15} \quad (3.2)$$

der P_m er korrigert største overtrykk og P_{ex} er målt overtrykk i 20-liter kammeret.

Korreksjon for når eksplosjonstrykket (P_{ex}) er lavere enn 5,5 barg

Siden 20-liter kammeret har et lavt volum vil energien som de kjemiske tennerne påvirke eksplosjonstrykket. En blindtest utført med 2 kjemiske tennere a' 5 kJ uten støv gir et maksimum overtrykk på 1,6 barg. Med antent støv til stede og stigende P_{ex} vil tennernes energi påvirkning bli mindre og til slutt kan sees vekk fra. Tennere med energi mindre enn 1 kJ kan også sees vekk fra.

$$P_m = 5,5 \frac{(P_{ex} - P_{ci})}{5,5 - P_{ci}} \quad (3.3)$$

der P_{ci} er trykket tennerne skaper. P_{ci} for to tennere a' 5 kJ er 1,6 barg.

3.3 Materialer

Elkem produserer silisium av forskjellige kjemiske sammensetninger og partikkelstørrelser for verdensmarkedet der industrien benytter silisium i bl.a. halvlederteknologi og solcellepaneler, samt som legeringstilsetning til ulike metaller.

Det ble mottatt tre typer silisiumstøv fra Elkem, og grunnet usikkerhet rundt mulighet til publisering ble det gitt kodenavn til disse: stoff B, stoff G og stoff H. Rent stoff B blir også kalt B100, rent stoff H H100 og rent stoff G G100.

Stoff H er Silgrain Microncut 8 som består av >99,5 % silisium og under 0,5 % av andre metaller som jern, aluminium, titan og annet. Det er som rent silisium å regne. Stoff H er forhåndssettet ned til 8 µm.

Stoff B og G består også av >99,5 % silisium og under 0,5 % andre metaller som jern, aluminium, titan og annet. De er som rent silisium å regne.

Tabell 3-1 Utvalgte egenskaper for silisium (Si)

Kjemisk betegnelse	Si
Atomnummer	14
Atomvekt	28,0855 g/mol
Smeltepunkt	1687 K (Wikipedia, 2022a)
Kokepunkt	3538 °C (Wikipedia, 2022a)
Tetthet	2329,002 +-0,007 kg/m ³ (Henins, 1964)

Utvalgte egenskaper for produktene som dannes, SiO og SiO₂, presenteres i Tabell 3-2 og Tabell 3-3.

Tabell 3-2 Utvalgte egenskaper for produktet silisiummonoksid (SiO)

Kjemisk betegnelse	SiO
Atomvekt	44,085 g/mol
Smeltepunkt	1683 K (Wikipedia, 2022b)
Kokepunkt	3534 K (Wikipedia, 2022b)

Tabell 3-3 Utvalgte egenskaper for produktet silisiumdioksid (SiO₂)

Kjemisk betegnelse	SiO ₂
Atomvekt	60,084 g/mol
Smeltepunkt	1986 K (Wikipedia, 2022c)
Kokepunkt	3223 K (Wikipedia, 2022c)

Siden silisium og silisiumdioksid er irriterende (National Center for Biotechnology Information, 2022a, 2022b) bør hansker og maske benyttes ved mulig eksponering, som under disse eksperimentene hovedsakelig skjer ved rengjøring av eksplosjonskammer.

3.3.1 Navnsetting av støvblandinger

Det ble laget fire støvblandinger med utgangspunkt i referankestøvene stoff H og stoff B i denne masteroppgaven. De nye støvene ble inndelt etter vekt og fikk tildelt et navn i henhold til denne fordelingen. Navnekonvensjonen er Hxx_Bxx hvor xx er masseprosentandelen til stoff H og B. De fire blandingene i denne masteroppgaven er H05_B95, H10_B90, H20_B80 og H40_B60.

I tillegg til disse blandingene ble referankestøvene testet. Stoff G ble også testet og deretter valgt vekk som referankestøv for blanding.

3.3.2 Støkiometriske verdier for silisium

For å finne den støkiometriske blandingen til reaksjonen mellom silisium og luft benyttes den ideelle gassloven, formel (2.10), under standardbetingelser ($P = 101300 \text{ Pa}$, $R = 8,3145 \text{ J K}^{-1} \text{ mol}^{-1}$ og $T = 298 \text{ K}$).

$$PV = nRT$$

Resultatet fra den ideelle gassloven er $n_{\text{luft}} / V = 40,89 \text{ mol m}^{-3}$ som gir $n_{\text{O}_2} / V = 8,59 \text{ mol m}^{-3}$.

Fra reaksjonslikningen finner man n_{Si} fra n_{O_2} , og med viten om den molare vekten $M_{\text{Si}} = 28,086$ (fra Tabell 3-1) finner man da at den støkiometriske konsentrasjonen der produktet blir silisiumdioksid (SiO₂) er 241 g m^{-3} . Der produktet blir silisiummonoksid (SiO) er støkiometrisk konsentrasjon 482 g m^{-3} . I et 20-liter stort eksplosjonskammer tilsvarer dette $4,82 \text{ g}$ og $9,64 \text{ g}$.

Tabell 3-4 Støkiometriske konsentrasjoner for reaksjonen mellom silisium og luft

produkt	c_{Si} ved støkiometrisk konsentrasjon
SiO	241 g m^{-3}
SiO ₂	482 g m^{-3}

3.3.3 Vanninnhold.

For å finne eventuelt vanninnhold ble både stoff B og stoff H varmet opp til $75 \text{ }^\circ\text{C}$ i varmekammeret ved støvlabben hos UiB.

Resultatene i Tabell 3-5 viser at en prøve stoff B hadde et massetap på $0,068 \% \pm 0,048 \%$. Mens plastbegeret sto på vekten så krøp vekten opp tilbake til originalvekt på under ett minutt. Det som hadde forsvunnet var altså tilbake. Det som trolig skjedde, var at vanddamp fra luften gikk tilbake til prøven. Omregnet til prosent blir massetapet $0,068 \pm 0,048 \%$ og er så lite at det uansett kan sees vekk fra.

Stoff H sto i samme kammer med samme temperatur på $75 \text{ }^\circ\text{C}$ og prøven på $29,60 \pm 0,01 \text{ g}$ ble veid ut til $29,55 \pm 0,01 \text{ g}$. Omregnet til prosent utgjør det $0,17 \pm 0,05 \%$.

Larsen (2018) testet stoff H til å ha 0,42 % vanninnhold, som er 2 til 4 ganger mer enn denne masteroppgaven målte.

I motsetning til organiske støv som melet til bakeren i Torino, har vanninnhold i metalliske støv liten effekt på eksplosjonsintensiteten.

Tabell 3-5 Resultatene fra tørking av stoff B og H. Minimalt massetap ble observert.

Stoff	vekt inn [g]	vekt ut [g]	tap [g]	tap [%]
Stoff B (B100)	29,60	29,58	0,02	0,068
Stoff H (H100)	29,60	29,55	0,05	0,17
Usikkerhet	0,01	0,01	0,014	0,048

3.4 Prosedyrer

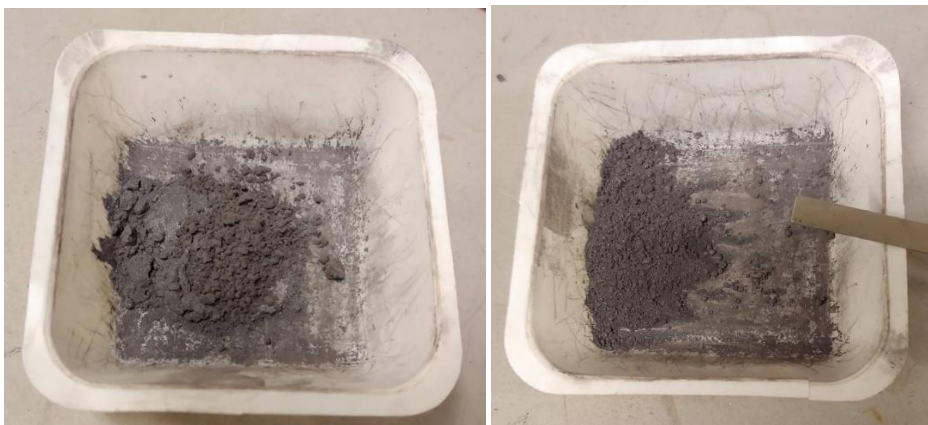
For å få repeterbare forsøk er det viktig at hvert forsøk utføres på mest mulig lik måte og med de samme betingelsene. Regler for HMS følges. Ikke-utfyllende inkluderer det vernebriller, hørselvern og ventilasjon. Hansker og maske bør benyttes ved rengjøring.

3.4.1 Prøvetaking

Prøvetaking ble i masteroppgaven utført ved å benytte Malverns instruksjoner om blanding av støv og det ble antatt at partikkelstørrelsen så ble jevnt fordelt i bøtten, og skje og spatel ble benyttet. Usikkerheten er høyere enn ved å bruke en roterende splitter.

3.4.2 Oppveiing av støv

Støvet ble i denne oppgaven blandet på vekten ved at ønsket mengde stoff H ble veid inn på vekten hvor påfølgende stoff B ble tilført for å få ønsket konsentrasjon. Støvet ble så blandet med en spatel (se Figur 3-3) og ytterligere blandet når det blåses inn i kammeret.

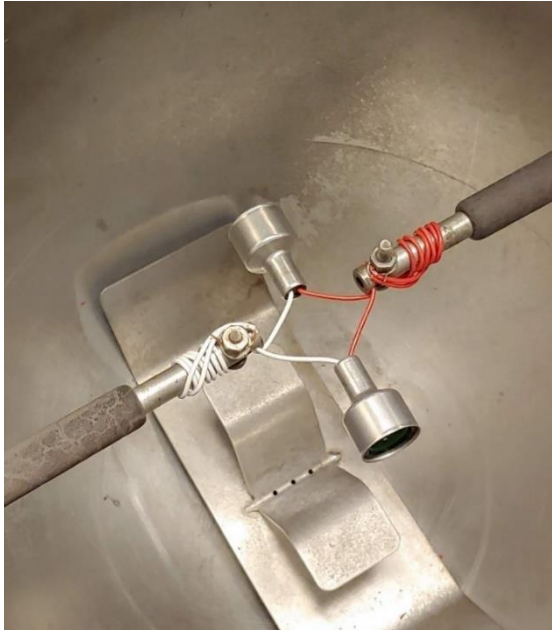


Figur 3-3 Støv veies opp på vekt og blandes deretter med spatel. For en test av LEL er en mager blanding ($c = 120 \text{ g m}^{-3}$) av H40_B60 blitt veid opp (venstre). Til høyre er den blitt blandet. Flestparten av testene ble utført med rundt 10 ganger så mye støv. Man ser også at noe støv har festet seg til overflaten til plastbegeret.

3.4.3 Prosedyre for 20-liter kammer

For hvert skudd følges prosedyren som her beskrives. To kjemiske tennere i henhold til type eksperiment festes i midten av kammeret som vist på Figur 3-4. Lokket til kammeret lukkes og skrues godt igjen, og aktuelle ventiler stenges. Senk trykket i kammeret mha. vakuumpumpen til -0,60 barg og bruk deretter nåleventilen for å fininnstille undertrykket til ønsket presisjon. Vei opp ønsket mengde støv for eksperimentet og overfør støvet til reservoaret. Denne oppgaven har benyttet et bendbart plastbeger som vist i Figur 3-5 for å unngå søl. Skru lokket til reservoaret godt igjen. Reservoaret skal

straks fylles til 20 barg. Sikre at ventilene til kammeret er lukket. Bruk nå KSEP-programvaren til å starte eksperimentet.



Figur 3-4 To 5 kj kjemiske tennere er festet i midten av kammeret med god kontakt med metalloverflatene for sikker kontaktoverflate klar for elektronisk antenning. I bakgrunnen synes refleksjonsdysen ("rebound nozzle").



Figur 3-5 Støvet blir deponert i reservoaret ved å bøye begeret slik at det får plass inne i reservoaret og deretter vippe det rundt som vist over. Slik minskes sannsynligheten for søl.

Eksperimentet er over på få sekunder og programvaren logger resultatene.

3.4.4 Etterarbeid etter hvert skudd

Siden eksplosjonskammeret ved UiB ikke har vannkjøling bør eksosen ventileres så raskt som mulig for å minske temperaturoppbygging i kammeret. Rengjør kammeret med støvsuger, børste/kost og trykkluft, se Figur 3-6. Blås gjerne inn 2-3 barg inn i reservoaret og utlikn dette for å få blåse ut støvrestene fra rør og ventiler.



Figur 3-6 Rengjøring av kammeret med industriell støvsuger. Under det brune silisiumoksidet kan man se uforbrent silisium.

Ved repeterende testing av støv som gir maksimumtrykk rundt P_{maks} vil kammeret bli varmet opp og kammeret må kjøles ned mot romtemperatur. Dette betyr at neste skudd kan utføres etter 60-90

minutter. For å sikre at neste skudd ikke skytes i et for varmt kammer kontrollerer man varmen med å legge en hånd på kammerlokket. Føles det lunkent så vent. Metoden er kontrollert med varmekamera og funnet adekvat.

3.4.5 Reservoartrykk

Manualen sier at 20 barg skal pumpes inn i reservoaret for så å bli trykkutjevnet inn i kammeret. Erfaringen tilsier at når ventilen lukkes igjen så er ikke trykket fullstendig utjevnet og trykk på 0,5 til 1,2 barg er igjen i reservoaret. Denne masteroppgaven har derfor valgt å ha et ytterligere overtrykk for å kompensere for dette slik at fullstendige 20 barg blir blåst inn i kammeret.

3.4.6 Bestemmelse av K_{st} -verdier for eksperimentserier av ukjent stoff

For å bestemme maksimumsverdiene, P_{maks} og $(dP/dt)_{maks}$, for et ukjent stoff skal den første serien med eksperimenter skytes over et stort spekter av konsentrasjoner. Start så lavt som 60 g m^{-3} og øk stegvis. Følgende trinn benyttes:

$$60; 125; 250; 500; 750; 1000; 1250; 1500 \text{ g m}^{-3}$$

Når toppunktene for P_m og $(dP/dt)_m$ er funnet, repeteres to ganger konsentrasjonspunktetene for toppunktene og punktene ett steg opp og ned for toppunktene. Oppstår toppverdiene for $(dP/dt)_m$ og P_m på respektive 250 og 500 g m^{-3} skal de neste to seriene skytes på konsentrasjonene $c = 125, 250, 500$ og 750 g m^{-3} .

3.4.7 Bestemmelse av maksimumstrykk og maksimum trykkstigning

For å bestemme stoffet $(dP/dt)_{maks}$ og P_{maks} tar man snittet av de tre serienes respektive toppverdier. Er det avvik på 10 % eller mer på de tre serienes toppunkt må minst én serie gjentas.

Et stoffs P_{maks} og $(dP/dt)_{maks}$ beregnes som følgende:

$$P_{maks} = \frac{P_{m_{toppunkt_{serie-1}}} + P_{m_{toppunkt_{serie-2}}} + P_{m_{toppunkt_{serie-3}}}}{3} \quad (3.4)$$

$$\left(\frac{dP}{dt}\right)_{maks} = \frac{\left(\frac{dP}{dt}\right)_{m_{toppunkt_{serie-1}}} + \left(\frac{dP}{dt}\right)_{m_{toppunkt_{serie-2}}} + \left(\frac{dP}{dt}\right)_{m_{toppunkt_{serie-3}}}}{3} \quad (3.5)$$

Konsentrasjonen til punktet bestemmes på lik måte.

$$c_{makspunkt} = \frac{c_{toppunkt_{serie-1}} + c_{toppunkt_{serie-2}} + c_{toppunkt_{serie-3}}}{3} \quad (3.6)$$

3.4.8 Nedre eksplosjonsgrense (LEL)

For å finne nedre eksplosjonsgrenser (LEL) ved de forskjellige støvblandingene ble instruksjonene i manualen fulgt. To 1 kJ kjemiske tennere skal benyttes. Prosedyren på ukjent stoff oppsummeres kort følgende. Begynn å skyte skudd på svært mager blanding (60 g m^{-3} på ukjent stoff) og øk med intervaller som beskrevet i manualen. For silisium ble intervallene 10, 20 eller 30 g m^{-3} . Når tenning oppstår ($P_m \geq 0,2$ barg) senkes konsentrasjonen med et lite intervall (typisk 10 g m^{-3}) og eksperimentet gjentas med den nye konsentrasjonen. Påvises det ny eksplosjon reduseres konsentrasjonen ytterligere. Påvises det ingen antenning, så skal samme konsentrasjon gjentas. Når tre gjentakelser på én og samme konsentrasjon er utført uten eksplosjon er nedre eksplosjonsgrense funnet. LEL er da konsentrasjonen

som er 10 g m^{-3} lavere enn den konsentrasjonen som antente. Det er svært viktig å sikre god rengjøring mellom forsøkene. Ingen støvresten må være til stede i rør, ventiler og kammer.

3.4.9 Utregning av usikkerhet

Usikkerheten til eksplosjonsparametere

Cesana & Siwek(2020) beskriver usikkerheten knyttet til et støvs eksplosjonsparametere funnet i et Siwek-kammer. Tabell 3-6 viser usikkerheten for et støvs P_{maks} og LEL , mens Tabell 3-7 viser usikkerhet til $(dP/dt)_{maks}$ som varierer med størrelsen til $(dP/dt)_{maks}$. Det antas at disse usikkerhetene er overførbare til det modifiserte USBM-kammeret.

Tabell 3-6 Usikkerhet for et støvs eksplosjonsparametere P_{maks} og LEL (Cesana & Siwek, 2020)

Egenskap	Usikkerhet
P_{maks}	$\pm 10 \%$
LEL	$\pm 10 \%$

Tabell 3-7 Usikkerhet for $(dP/dt)_{maks}$ (Cesana & Siwek 2020)

$(dP/dt)_{maks}$ [bar s ⁻¹]	K_{st} [m bar s ⁻¹]	usikkerhet
≤ 185	≤ 50	$\pm 30 \%$
186 – 370	51 – 100	$\pm 20 \%$
371 – 740	101 – 200	$\pm 12 \%$
> 740	> 200	$\pm 10 \%$

Usikkerhet til støv som ikke har fulgt prosedyrene vil settes til 30 % eller høyere for $(dP/dt)_{maks}$ og 15 % eller høyere for P_{maks} . Nøyere begrunnelse gis ved aktuelt støv.

For resultater der usikkerheten er ukjent vil ingen usikkerhet oppgis.

Usikkerhet for Malvern-resultater

I sin analyse av forskjellige kornstørrelses analysemetoder sier Lepage et al. (2019) at $D50$ -verdier over $10 \mu\text{m}$ funnet i Malvern har en usikkerhet på 10 %. Usikkerheten til de andre Malvern-parametere er uvisse og disse tallene oppgis derfor uten usikkerhet.

Annen utregning av usikkerhet

For addering og subtraksjon er usikkerheten følgende:

$$\Delta y = \sqrt{(\Delta x_1)^2 + (\Delta x_2)^2 + \dots + (\Delta x_n)^2} \quad (3.7)$$

der Δy er den nye totale usikkerheten og Δx er den individuelle målingens usikkerhet.

4 Resultater

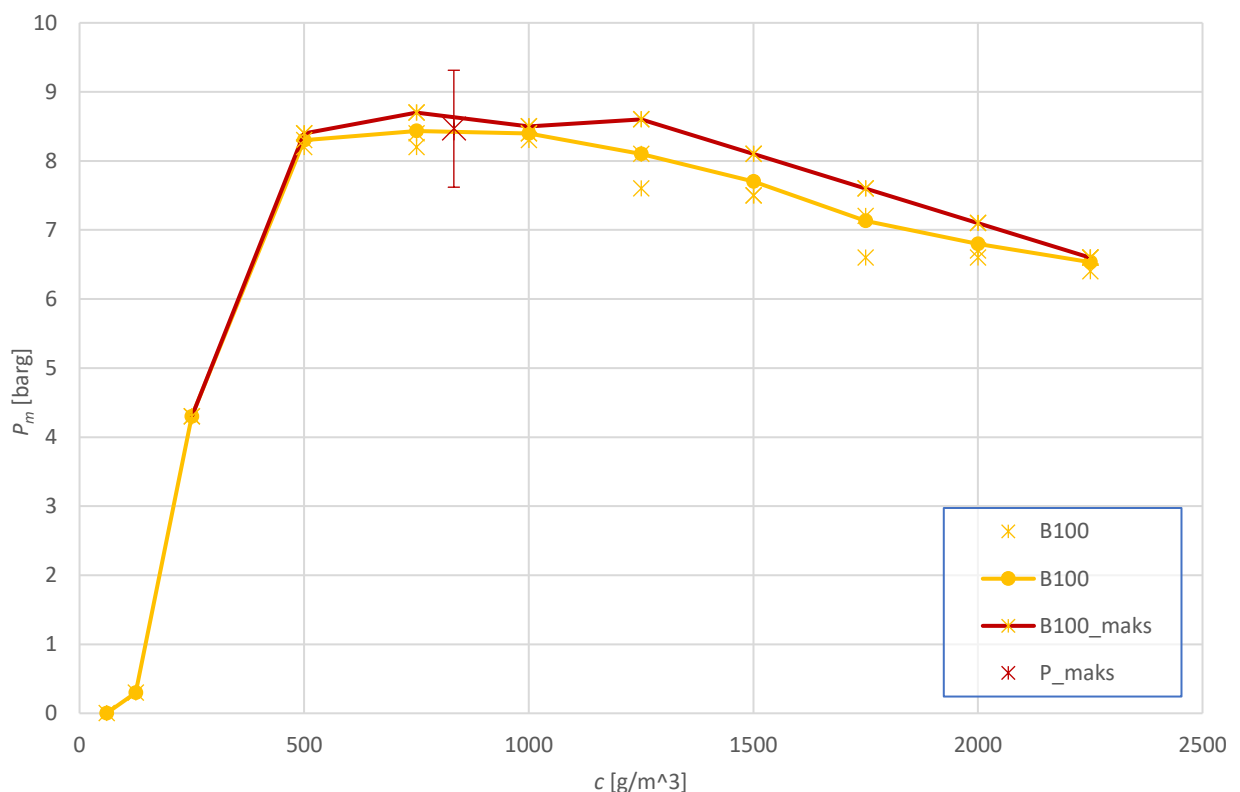
4.1 Resultater fra 20-liter kammer

I påfølgende underkapitler presenteres resultatene der hvert skudd er markert med et punktplott og snittverdier er beregnet i henhold til standarden og presentert med linje i unik farge for gitt støv. Maksverdier er plottet inn med rød farge for verdier der repetisjon er utført. Der det ikke er repetisjoner vil maksverdien gå inn i grafen. For G100 er det ingen gjentakelser og vil da kun ha én verdi. Hvert støv har et maksimumstrykk, P_{maks} , og maksimum trykkstigningshastighet, $(dP/dt)_{maks}$, og disse verdiene med tilhørende utregnet konsentrasjon er plottet inn med en stor rød stjerne. Denne stjernen har feillinjer i henhold til kapittel 3.4.9 Utregning av usikkerhet Enkelte av dataene har blitt justert i henhold til kapittel 4.4 Justering av data. En rekke av P_m -grafene er trunkert for å bedre punktenes synlighet. Alle gjennomsnittsgrafene antas å ha standardavvik som utregnet i kapittel 4.2. Standardavviket er ikke plottet for å bedre leseligheten.

4.1.1 Resultater for B100

Første støvet som ble testet var B100. Prosedyren for ukjent stoff ble fulgt, og toppunkter ble studert nærmere i henhold til standard.

Gjennomsnittsverdien for maksimaltrykket vises i Figur 4-1 der den gir en fin kurve i henhold til teorien (Eckhoff, 2003), med et avrundet makspunkt ved $c = 750 \text{ g m}^{-3}$ og er svakt synkende for økende konsentrasjon, der kjøleeffektene blir mer og mer dominerende.

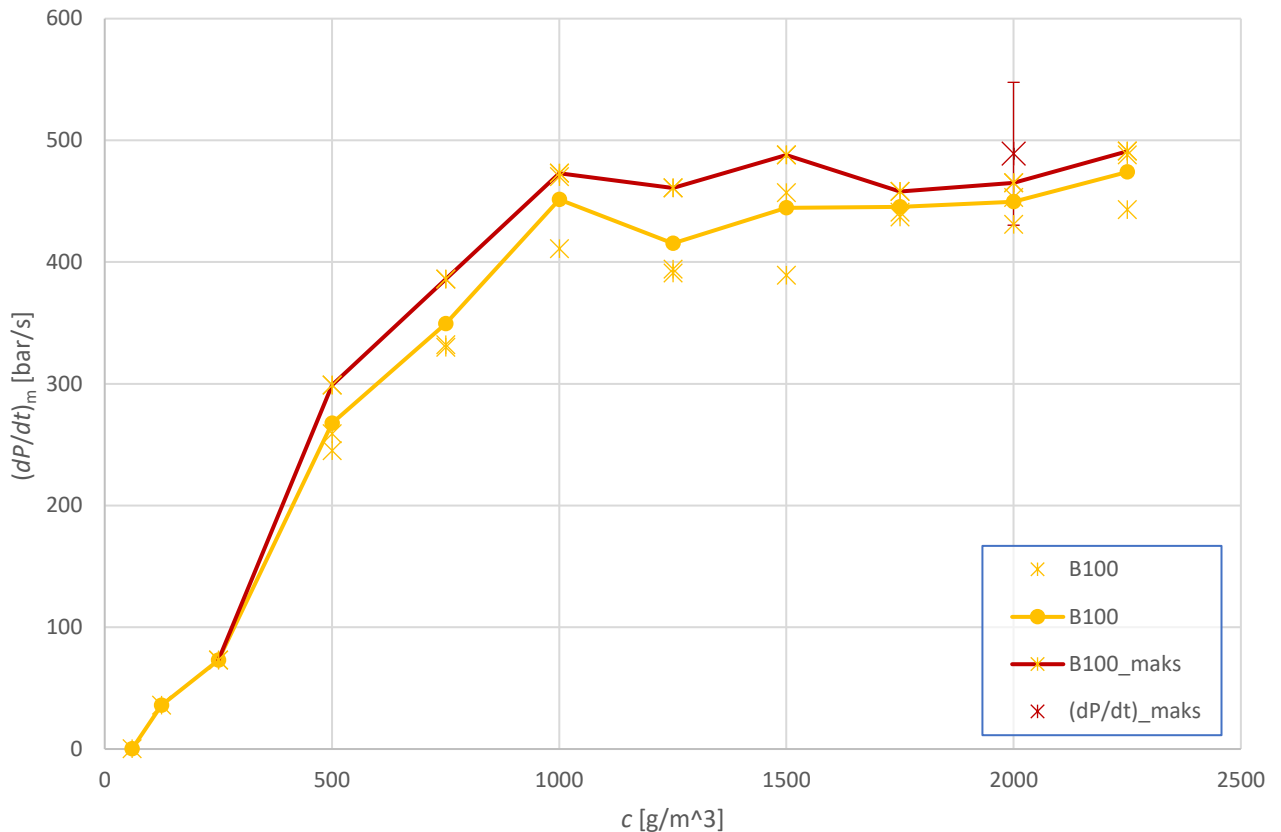


Figur 4-1 Maksimumstrykk, P_m og P_{maks} , for B100 med grafer for gjennomsnittsverdi og maksimumsverdi

Figur 4-2 viser maksimum trykkstigningshastighet hvor $(dP/dt)_m$ stiger med høyere konsentrasjon. Siste repetisjon på $c = 1500 \text{ g m}^{-3}$ ga høyeste $(dP/dt)_m = 488 \text{ bar s}^{-1}$. Derfor ble dette fulgt opp med å skyte videre på høyere konsentrasjoner og deretter repetisjoner. Ved $c = 2250 \text{ g m}^{-3}$ oppsto utfordringer med å få blåst inn alt støvet. Av 45,0 g oppveid silisium var målbare 4,65 g igjen i systemet, så resultatet for $c =$

2250 g m⁻³ er i realiteten resultatet for i underkant av $c = 2000 \text{ g m}^{-3}$. Den stigende $(dP/dt)_m$ ved høyere konsentrasjoner kan forklares med større tilgang på finere partikler som brenner raskere. Siden det ikke var mulig å blåse inn alt støvet ble det vurdert som uhensiktsmessig å teste på enda høyere konsentrasjoner.

Ser man vekk fra forsøkene over $c = 1500 \text{ g m}^{-3}$ er $(dP/dt)_{maks} = 456 \text{ bar s}^{-1}$ ved $c = 1167 \text{ g m}^{-3}$.

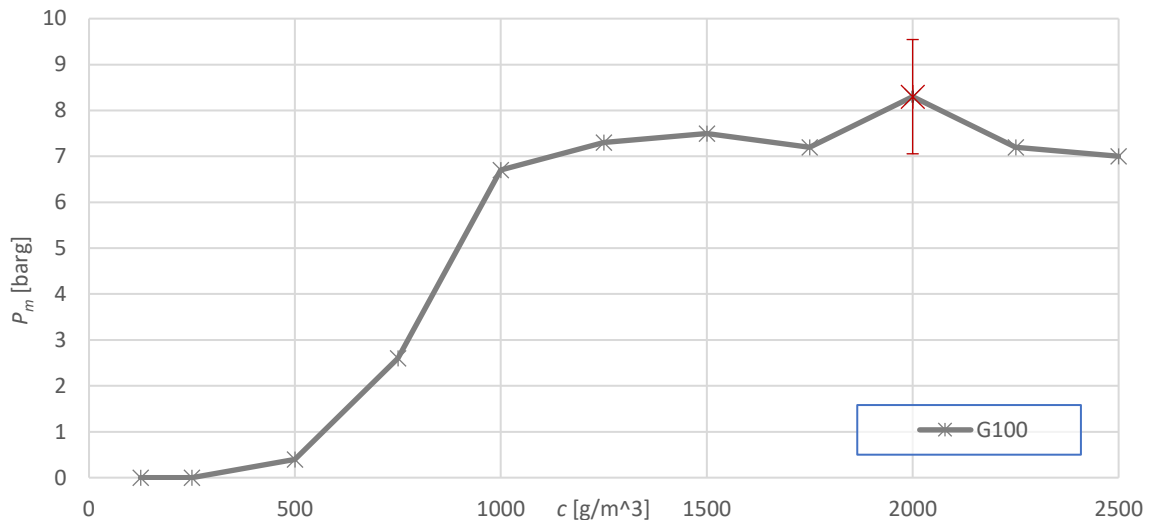


Figur 4-2 Maksimum trykkstigningshastighet, P_m og P_{maks} , for referansestøvet B med grafer for gjennomsnittsverdi og maksimumsverdi

4.1.2 Resultater for G100

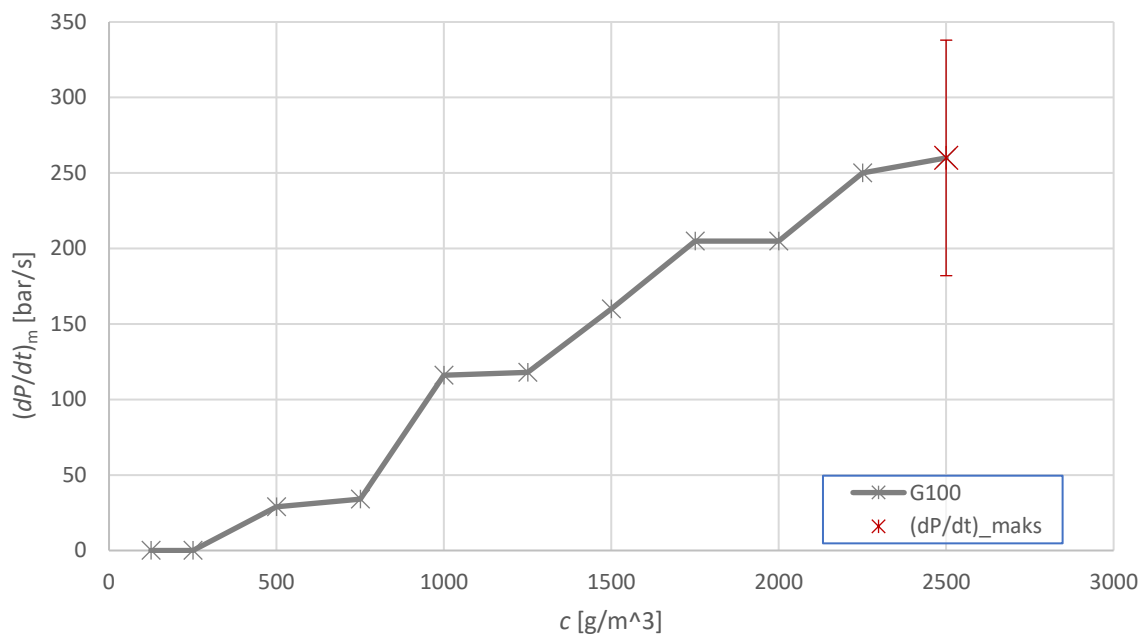
Støvet G100 var andre støv som ble testet, og dette var mye grøvre enn B100, såpass mye at det innebar stor slitasje på apparaturen. O-ringen på ventilen mellom reservoar og kammer ble erodert vekk av skarpe kanter på metallpartiklene. Det ble derfor kun kjørt én serie på G100.

Figur 4-3 viser maksimalt trykk. Vi ser her at P_{maks} kommer ved $c = 1250$ til 1500 g m^{-3} , verdier langt over støkiometrisk verdi. P_m er synkende fra $c = 1500 \text{ g m}^{-3}$ med en mulig utligger på $c = 2000 \text{ g m}^{-3}$. Lekkasje ble som størst ved $c = 2000 \text{ g m}^{-3}$, som øker usikkerheten ved det resultatet. Utfordringen med å blåse inn alt støvet ved høye konsentrasjoner som observert med B100 ble også sett her.



Figur 4-3 Maksimumstrykk, P_m og P_{maks} , for stoff G. For G100 er det bare én serie som gir høyere usikkerhet for P_{maks}

Figur 4-4 viser at $(dP/dt)_m$ er kontinuerlig stigende opp til $c = 2500 \text{ g m}^{-3}$. Det betyr at makspunktet ikke er bestemt i et toppunkt. En mulig forklaring på at kurven stiger kontinuerlig er at de største partiklene kanskje ikke er brennbare fungerer kun som varmetap. Det er forbrenningen av de små partiklene som driver trykkoppbyggingen og toppunktet er ennå ikke nådd.



Figur 4-4 Maksimum trykkstigningshastighet for G100. Makspunktet settes ved siste punkt da maksimum trykkstigningshastighet ikke er bestemt i et toppunkt. Usikkerheten oppover settes høyere

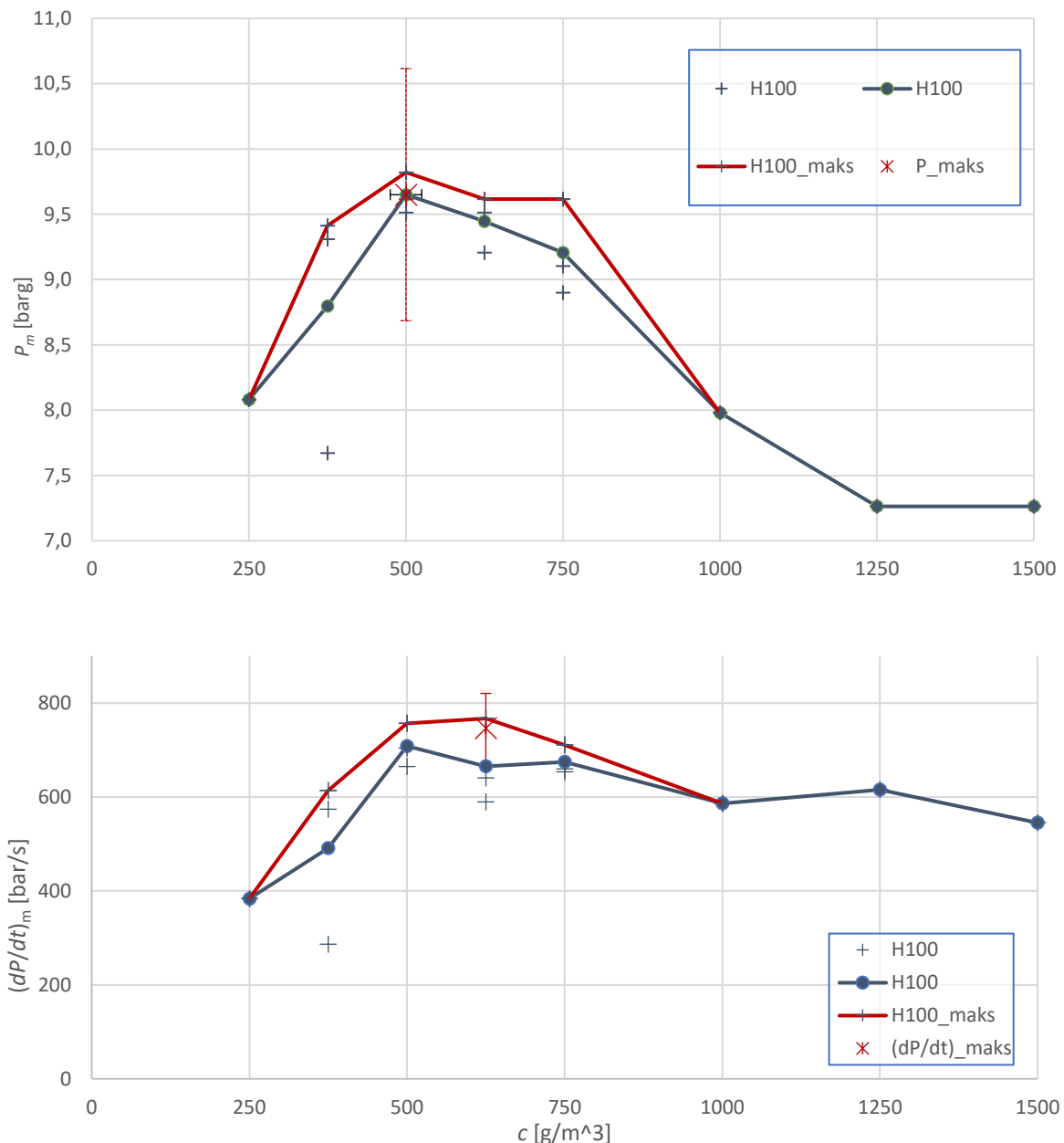
4.1.3 Resultater for H100

Det andre referansestøvet, stoff H, ble så studert med serie opp til $c = 1500 \text{ g m}^{-3}$ som ga toppunkter ved $c = 500$ og $c = 750 \text{ g m}^{-3}$. Standarden sier at disse punktene og punktene rundt, $c = 250 \text{ g m}^{-3}$ og $c = 1000 \text{ g m}^{-3}$, skal undersøkes. Fremfor å skyte på $c = 250 \text{ g m}^{-3}$ som høyst trolig ikke var noe toppunkt, var det ønskelig å studere konsentrasjon $c = 500 \text{ g m}^{-3}$ nøyere. Derfor ble skudd på $c = 375$ og 625 g m^{-3} utført utenfor standarden.

Figur 4-5 (øvre) viser maksimumstrykk og toppunktet på alle tre serien oppsto ved $c = 500 \text{ g m}^{-3}$. Grafen er trunkert. Figur 4-5 (nedre) viser maksimum trykkstigningshastighet for H100. Maksimumskurven for $(dP/dt)_m$ presenterer et avrundet toppunkt ved $c = 625 \text{ g m}^{-3}$.

Ved $c = 375 \text{ g m}^{-3}$ er det en utligger med $(dP/dt)_m = 286 \text{ bar s}^{-1}$ mot 561 og 600 bar s^{-1} og $P_m = 7,7 \text{ barg}$ mot 9,3 og 9,4 barg. Utliggeren drar snittverdiene ned, men siden $c = 375 \text{ g m}^{-3}$ ikke var noe toppunkt så var denne utliggeren tolererbar. En undersøkelse av trykk-tid-kurven viste ingen avvik.

Maksimumstrykket oppfører seg i henhold til teorien der den stiger raskt opp til P_m for så å synke svakt på rikere konsentrasjoner. Det ble valgt å ikke skyte videre på konsentrasjoner høyere enn $c = 1500 \text{ g m}^{-3}$ da toppunktene var bestemt.

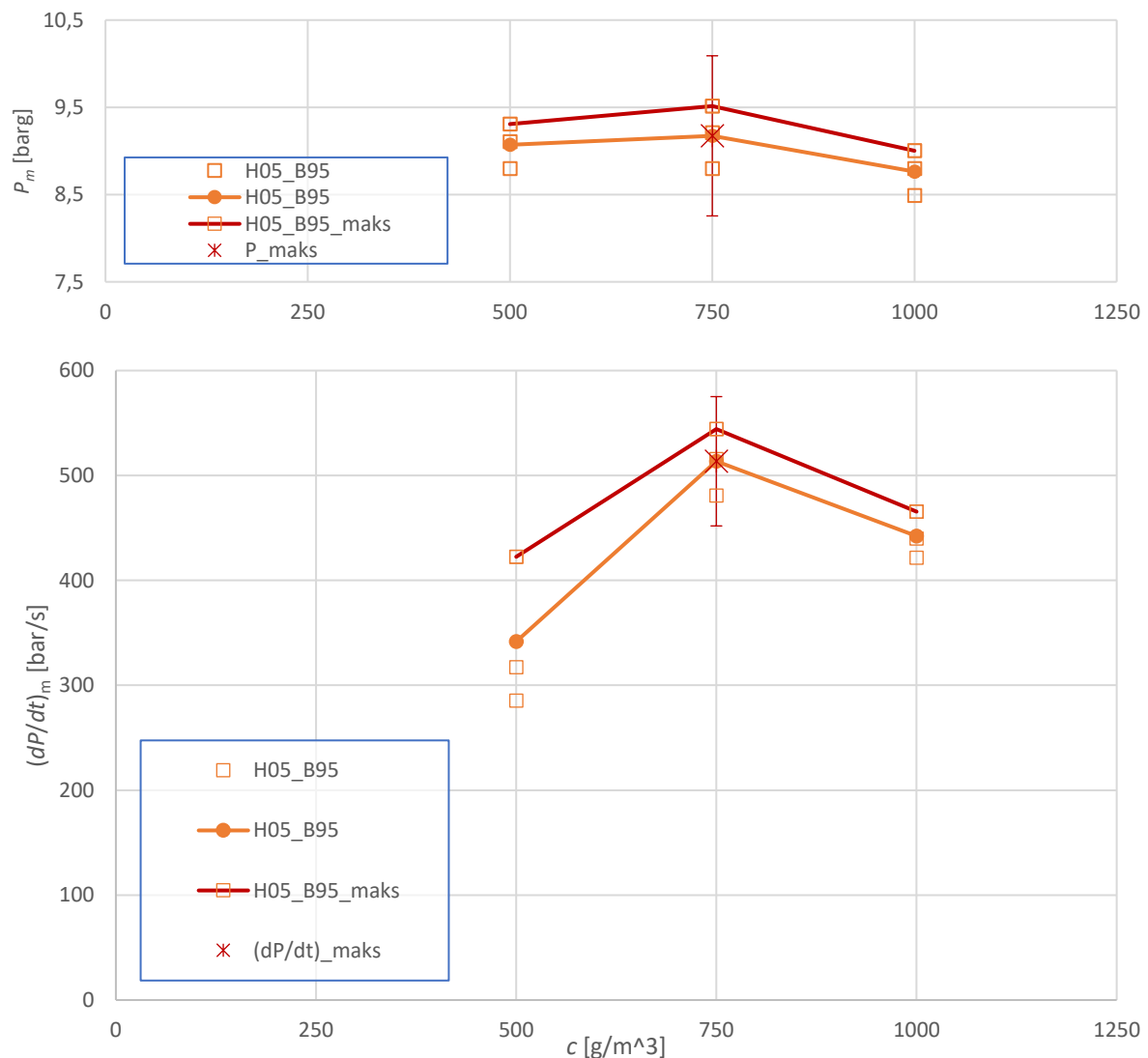


Figur 4-5 Maksimum trykkstigningshastighet, $(dP/dt)_m$, (nederst) og maksimumstrykk, P_m , (øverst) for blandingen H100 med grafer for gjennomsnittsverdi og maksimumsverdi

4.1.4 Resultater for H05_B95

Basert på grunnlinjene B100 og H100 ble det antatt at toppunktet ville være mellom deres topppunkter ved $c = 1000$ og 500 g m^{-3} . For å spare tennere ble seriens startpunkt til å være $c = 500 \text{ g m}^{-3}$.

Figur 4-6 viser maksimumstrykk for H05_B95 og toppunktet for alle tre serier oppsto ved $c = 750 \text{ g m}^{-3}$ og snittverdi ble $9,2 \pm 0,2$ barg. Figuren viser også resultatet for maksimum trykkstigningshastighet og det er et markert toppunkt ved $c = 750 \text{ g m}^{-3}$ for alle tre serier med verdier fra 481 til 544 bar s^{-1} for $(dP/dt)_m$. Det er stor spredning ved $c = 500 \text{ g m}^{-3}$ med $(dP/dt)_m = 285, 317$ og 422 bar s^{-1} og snitt $342 \pm 51 \text{ bar s}^{-1}$.



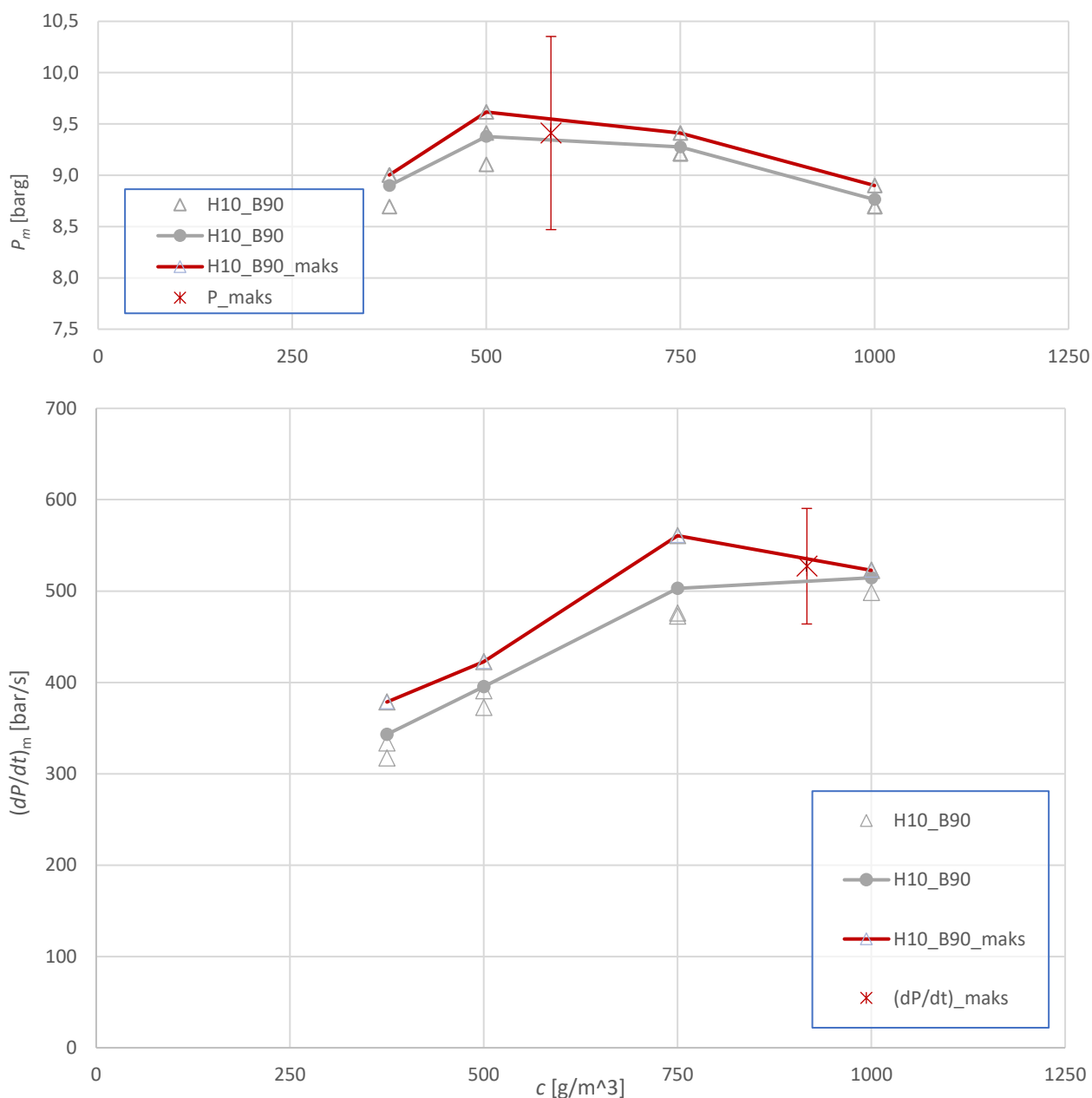
Figur 4-6 Maksimum trykk, P_m , (øverst) og maksimum trykkstigningshastighet, $(dP/dt)_m$, (nederst) for blandingen H05_B95 med grafer for gjennomsnittsverdi og maksimumsverdi

4.1.5 Resultater for H10_B90

For blandingen H10_B90 startet serien ved $c = 500 \text{ g m}^{-3}$ og det ble skutt opp til $c = 1000 \text{ g m}^{-3}$. Etter repetisjonene ble gjennomsnittlig toppunkt for $(dP/dt)_m$ funnet ved $c = 500 \text{ g m}^{-3}$. Derfor ble skutt repetisjoner ved $c = 375 \text{ g m}^{-3}$ for å verifisere toppunktet.

Figur 4-7 (øverst) viser maksimumstrykket er ved $c = 500 \text{ g m}^{-3}$ med snitt $9,4 \pm 0,9$ barg med høyeste verdi 9,6 barg. Siden en av seriene hadde toppunkt ved $c = 750 \text{ g m}^{-3}$ blir konsentrasjonen til det utregnete P_{maks} bestemt til å være ved $c = 583 \text{ g m}^{-3}$.

Figur 4-7 (nederst) viser maksimum trykkstigningshastighet for H10_B90 med et toppunkt for $(dP/dt)_m$ ved $c = 750 \text{ g m}^{-3}$ på 561 bar s^{-1} og de to nest høyeste verdiene ved $c = 1000 \text{ g m}^{-3}$. Snittverdien er høyest ved $c = 1000 \text{ g m}^{-3}$ med snittverdi $(dP/dt)_m = 522 \text{ bar s}^{-1}$, men utregnet $(dP/dt)_{\text{maks}}$ blir ved $c = 917 \text{ g m}^{-3}$ med $(dP/dt)_{\text{maks}} = 527 \text{ bar s}^{-1}$. Siden ingen gjennomsnittlige toppunkt forekom ved $c = 1000 \text{ g m}^{-3}$ ble det ikke skutt videre på $c = 1250 \text{ g m}^{-3}$.

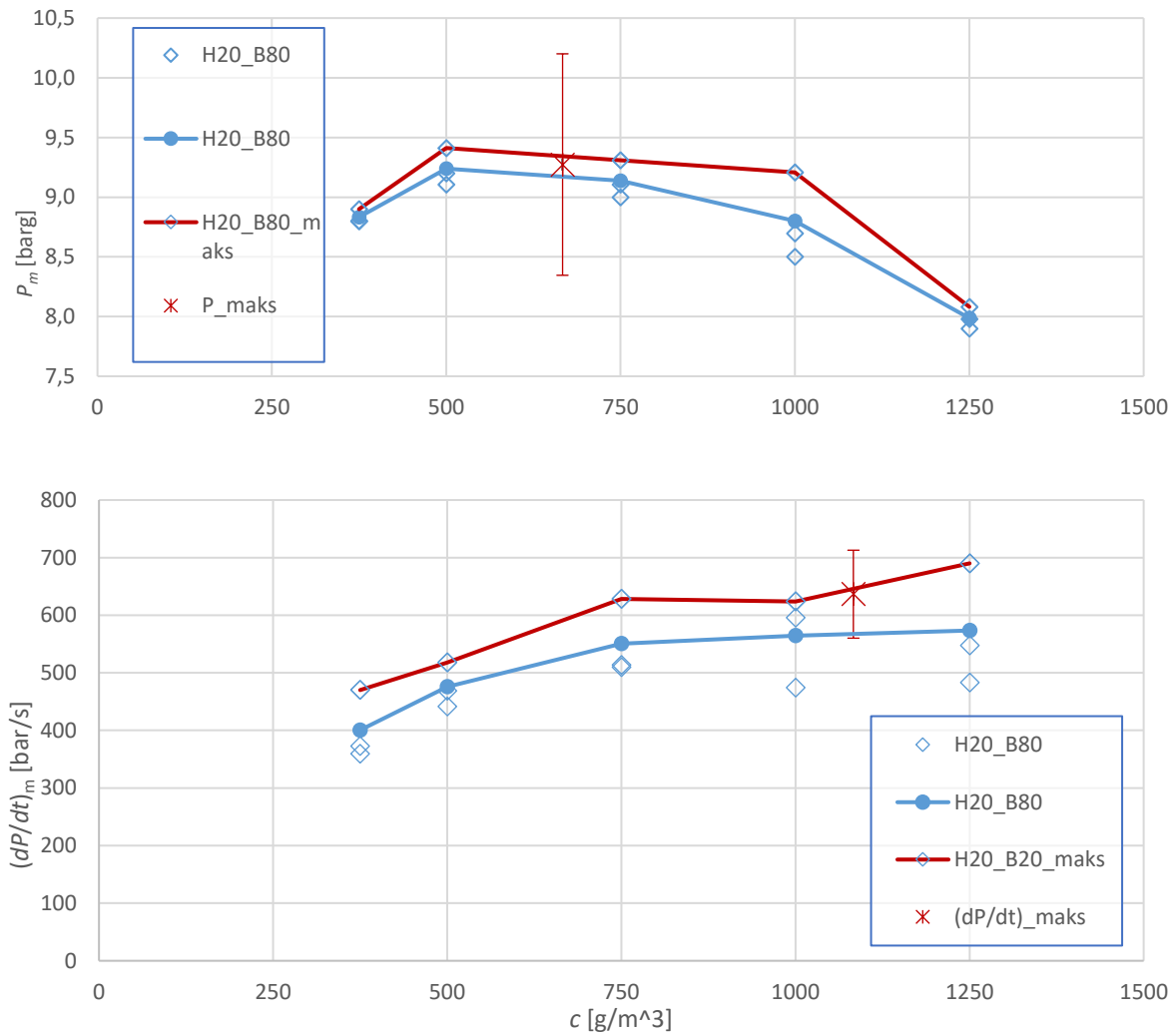


Figur 4-7 Maksimumstrykk, P_m , (øverst) og maksimum trykkstigningshastighet, $(dP/dt)_m$, (nederst) for blandingen H10_B90 med grafer for gjennomsnittsverdi og maksimumsverdi

4.1.6 Resultater for H2O_B80

Figur 4-8 (øverst) viser maksimumstrykk for H2O_B60 hvor P_{maks} ble funnet til å ligge ved $c = 667 \text{ g m}^{-3}$ med verdien $P_{maks} = 9,3 \pm 0,9 \text{ barg}$. Gjennomsnittskurven faller deretter svakt og det forventes at den synker videre i henhold til teorien og resultatene til B100.

Figur 4-8 (nederst) viser maksimum trykkstigningshastighet for H2O_B80 hvor to av serienes toppunkt ligger ved $c = 1000 \text{ g m}^{-3}$ med $(dP/dt)_m = 624$ og 595 bar s^{-1} , mens seriens største maksimum trykkstigningshastighet er ved $c = 1250 \text{ g m}^{-3}$ med resultat $(dP/dt)_m = 690 \text{ bar s}^{-1}$. Dette skuddet var det aller siste som ble skutt.

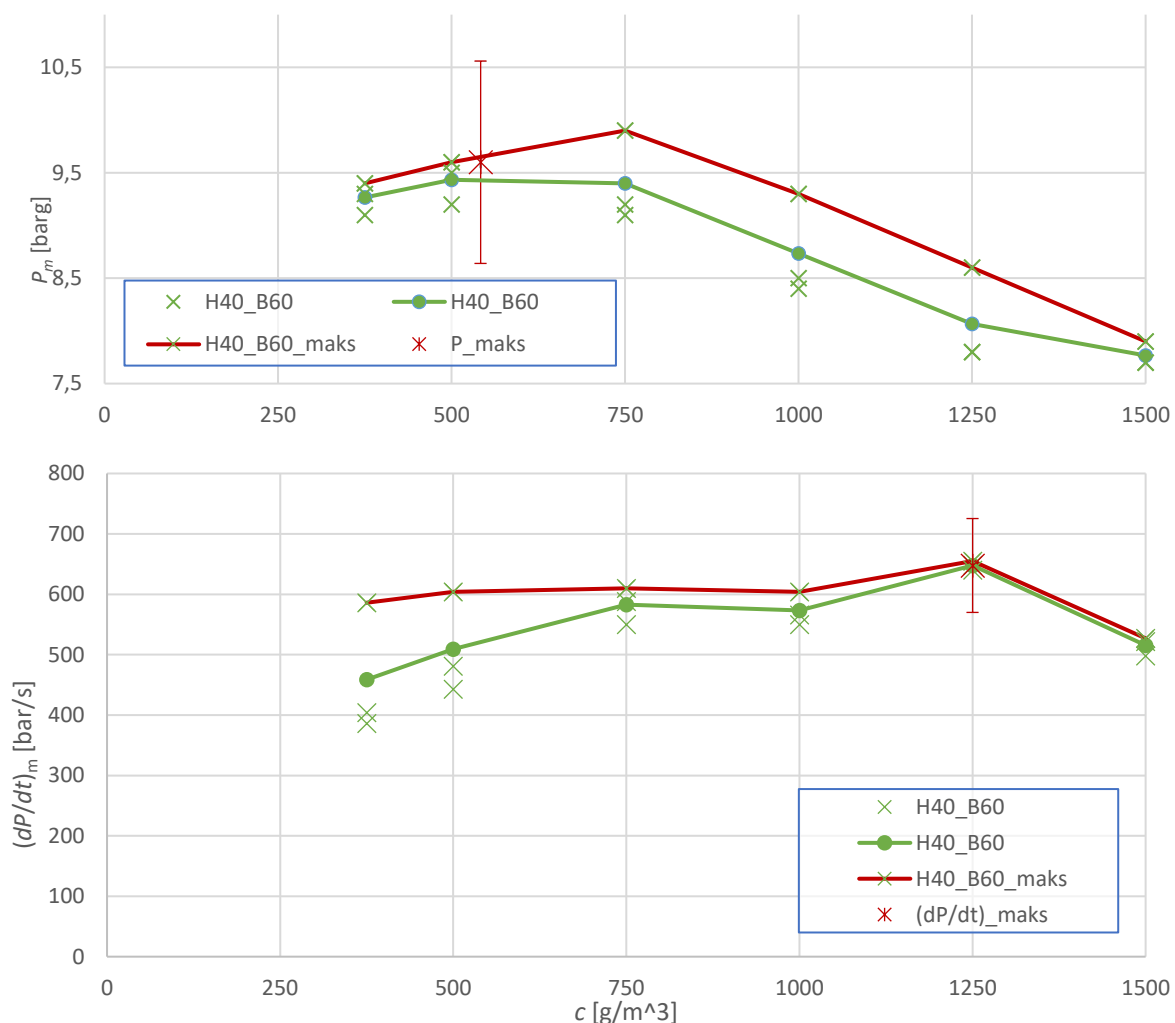


Figur 4-8 Maksimumstrykk, P_m , (øverst) og maksimum trykkstigningshastighet, $(dP/dt)_m$, (nederst) for blandingen H2O_B80 med grafer for gjennomsnittsverdi og maksimumsverdi

4.1.7 Resultater for H4O_B60

Figur 4-9 (øvre) viser maksimumstrykk, P_m , for H4O_B60 og maksimumskurven ligger betraktelig høyere enn gjennomsnittskurven. Disse tre skuddene ble skutt på en egen og samme dag. Toppunktet er ved $c = 750 \text{ g m}^{-3}$ med verdien $9,9 \text{ barg}$. Seriens høyest snitt er ved $c = 500 \text{ g m}^{-3}$ og $P_{maks} = 9,6 \pm 1,0 \text{ barg}$ ble funnet til å være ved $c = 542 \text{ g m}^{-3}$. Det er betydelig spredning for de individuelle serienes toppunkt med verdiene $P_m = 9,3 \text{ barg}$ ved $c = 375 \text{ g m}^{-3}$.

Figur 4-9 (nedre) viser maksimum trykkstigning($(dP/dt)_m$), og ved $c = 375 \text{ g m}^{-3}$ stiger gjennomsnittsverdiene jevnt opp til makspunktet ved $c = 1250 \text{ g m}^{-3}$. Makspunktene viser her en tendens mellom $c = 375 \text{ g m}^{-3}$ og $c = 1000 \text{ g m}^{-3}$, med verdier rundt $(dP/dt)_m = 600 \text{ bar s}^{-1}$. Det er et markert toppunkt ved $c = 1250 \text{ g m}^{-3}$ med gjennomsnittsverdien $648 \pm 97 \text{ bar s}^{-1}$.



Figur 4-9 Maksimumstrykk, P_m , (øverst) og maksimum trykkstigningshastighet, $(dP/dt)_m$, (nederst) for blandingen H40_B60 med grafer for gjennomsnittsverdi og maksimumsverdi.

4.1.8 Nedre eksplosjonsgrense (LEL)

Tabell 4-1 viser nedre eksplosjonsgrenser for støvene, LEL. LEL stiger nærmest lineært med andelen stoff B, med et unntak ved H10_B90. G100 har en langt høyere LEL.

Tabell 4-1 Nedre eksplosjonsgrenser for stoff H, B og disses blandinger og stoff G

	H100	H40_B60	H20_B80	H10_B90	H05_B95	B100	G100
LEL (g m ⁻³)	90 ± 9	120 ± 12	130 ± 13	120 ± 12	140 ± 14	140 ± 14	620 ± 62

4.2 Standardavvik

Med støvet H100 ble det utført elleve skudd ved $c = 500 \text{ g m}^{-3}$ for feilsøking beskrevet i kapittel 4.4. Resultatene fra feilsøkingen ble deretter benyttet for å beregne statistiske verdier som standardavvik. Tabell 4-2 viser testresultatene og Tabell 4-3 viser de statistiske verdiene. Det antas at dette standardavviket er likt for alle blandinger og konsentrasjoner.

Tabell 4-2 resultater for å finne statistiske verdier for H100

c [g m ⁻³]	P_m [barg]	$(dP/dt)_m$ [bar s ⁻¹]
500	9,4	558
500	9,5	630
500	9,5	720
500	9,9	682
500	9,8	638
500	9,9	801
500	9,7	569
500	9,7	655
500	9,8	590
500	9,8	628
500	9,8	887

Tabell 4-3 Statistiske verdier for stoff H, $c = 500 \text{ g m}^{-3}$

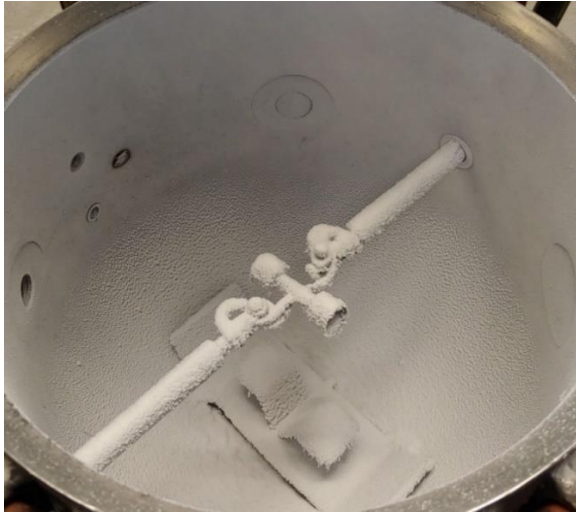
$c = 500 \text{ g m}^{-3}$	P_m [barg]	$(dP/dt)_m$ [bar s ⁻¹]
Gjennomsnitt	9,71	669
Median	9,8	638
Standardavvik	0,170	100,3
Relativ standardavvik (%)	1,75	15,0

Det er utført nok repetisjoner til å utføre en Student-T kalkulering, men siden Student-t-verdiene ikke skal brukes for videre beregninger ble det ikke vurdert som hensiktsmessig.

4.3 Observasjoner av brent støv i kammer

Silisium reagerer med luft og danner silisiummonoksid og/eller silisiumdioksid. Etter hvert forsøk ble kammeret åpnet, inspisert og rengjort. De fleste eksplosjonene dannet typiske mønstre i kammeret.

Figur 4-10 viser B100 ved $c = 250 \text{ g m}^{-3}$ som gir tilnærmet støkiometrisk blanding for produktet SiO₂ som er hvitt. Under det hvite silisiumdioksidet er det fortsatt uforbrent silisiumstøv. Man kan tro at alt støv forblir i støvskyen og forbrenner og absolutt alt oksygen blir konsumert. Tyngdekraften virker inn og noe støv vil kunne falle til bunn før det blir tilstrekkelig varmet opp og tar fyr. Resultatet $P_m = 4,3$ barg for B100 ved $c = 250 \text{ g m}^{-3}$, som er halvparten av P_{maks} , antyder at alt oksygen ikke har blitt konsumert. Så ved disse magre konsentrasjonene vil ikke nødvendigvis alt støvet brenne. H100 med vesentlig lavere $D50$ enn B100 oppnådde $P_m = 8$ barg ved $c = 250 \text{ g m}^{-3}$, så partikkelstørrelsene spiller inn. Figur 4-11 viser kammeret etter B100s høyeste trykkmåling ved $c = 750 \text{ g m}^{-3}$ med målingen $P_m = 8,7$ barg og $(dP/dt)_m = 386 \text{ bar s}^{-1}$. Produktene har skiftet farge til brunt. På begge disse figurene har silisiumoksid festet seg til kammerveggen i spesielle mønstre. Øverst i kammeret langs veggene er det dannet nupper. Denne nuppedannelsen ble også observert i lokket ved høye konsentrasjoner ($c = 1250 \text{ g m}^{-3}$ og oppover). I bunnen av kammeret er det dannet et bølgemønster. På Figur 4-10 kan man også se restene av tennernes beskyttende plastkapsel som er smeltet fast til kammerveggen, noe som er godt beskrivende på hvilken energi disse tennerne tilfører systemet og hvilken temperatur silisium brenner med.



Figur 4-10 Referansekjøvet B100 ved $c = 250 \text{ g m}^{-3}$ viser hvitt SiO_2 . I bildet sees også svidd plastbeskytter fra 5 kJ tenner sittende fast i kammerveggen.



Figur 4-11 Referansekjøvet B100 ved $c = 750 \text{ g m}^{-3}$ har gitt det brune kondensatet. Typisk mønster med nupper er dannet langs veggene og bølgeformet mønster i bunnen av kammeret etter at silisiumoksidgass har kondensert.

Figur 4-12 viser mer av mønstrene i en enda rikere blanding, $c = 1250 \text{ g m}^{-3}$. Der har eksplosjonen blåst vekk tennerne. Langs festeanordningen til tennerne kan man se at støvet legger seg, og i enkelte tilfeller, som tydelig vist i Figur 4-13, kunne remser dannes og henge ned fra tennernes festeanordning. Remsene beveger seg ved den minste bevegelse i luften. Dette styrker hypotesen om at silisiummonoksidgass kondenserer.

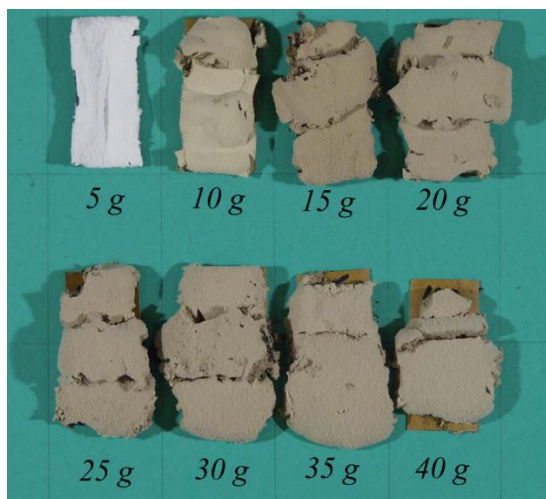


Figur 4-12 Blanding H40_B60 med konsentrasjon $c = 1250 \text{ g m}^{-3}$, serie 1 med $P_m = 7,8 \text{ barg}$ og $(dP/dt)_m = 648 \text{ bar s}^{-1}$. I tillegg til å se de karakteristiske nuppene langs veggene og bølger nede, kan man se tennerne er blåst vekk.



Figur 4-13 Remser av silisiumoksid som henger ned fra tennerne. De er svært lette og blafrer ved den minste bevegelse av luft. Konsentrasjon for alle disse er $c = 750 \text{ g m}^{-3}$, men remsene kunne oppstå ved $c = 500 \text{ g m}^{-3}$. Venstre og midten er blandingen H40_B60 og høyre er H20_B80.

Skjold (2003) observerte det samme fenomenet og ekstraherte støv fra bunnen av 20-liter kubisk kammer. Støvprøvene er vist i Figur 4-14 der man ser en overgang i farge fra klar hvit ved $c = 250 \text{ g m}^{-3}$ til lett brun sandfarget ved $c = 500 \text{ g m}^{-3}$ til brun sandfarget fra 750 g m^{-3} og høyere konsentrasjon.



Figur 4-14 Silisiumoksid ekstrahert fra bunnen av 20-liter kubisk kammer etter støveksplasjon med silisium og luft. Vekten angir konsentrasjon. "5 g" tilsvarer 250 g m^{-3} , "10 g" tilsvarer 500 g m^{-3} osv. (Skjold, 2003)

4.4 Justering av data

Som nevnt er en rekke av resultatene i kapittel 4.1 korrigert.

4.4.1 Oppdagelse av feil i datasett og feilsøking

Kablene fra de to piezoelektriske sensorene i kammeret til Kistler 5041 forsterkeren viste seg å være krysskoblet. Det betyr at signalet blir forsterket med feil innstillinger. Den ene sensoren viste for lav verdi og siden formelen for forsterking er en lineær formel, så viser den andre sensoren tilnærmet tilsvarende for høy verdi. Middelerdien av de to verdiene blir korrekt verdi. Dermed hadde krysskoblingen ingen reell effekt på verdiene for P_m og $(dP/dt)_m$, før feilsøkingen startet.

Men, KSEP-programvaren opererer slik at når forskjellen mellom rapportert trykk hos sensorene blir 0,4 bar eller mer, så flagges det et rødt varsel om at testen er feilet og bør tas om igjen. Feilsøking i

henhold til manualen (Cesana & Siwek, 2020) ble utført. Den nevner at den beskyttende silikonpastaen over sensorene kan slites og forringes og slik gi upresise resultater. Dermed ble silikonpastaen erstattet med ny fersk pasta. Etter dette tiltaket viste begge sensorene likt resultat, og feilen ble antatt å være reparert.

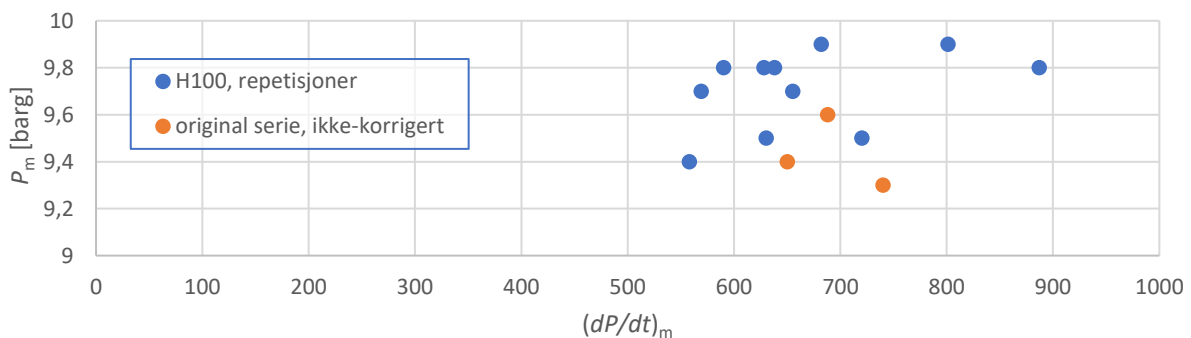
Da pastaen grunnet slitasje på nytt måtte erstattes, etter å ha fullført H100, H05_B95, H10_B90 og 2/3 av H20_B80, kom originalproblemet med røde varsler i KSEP-programvaren tilbake. Etter en langvarig feilsøking, som inkluderte å skifte en sensor, ble til slutt ble den originale feilkilden med de kryssede kabler funnet.

Ved å ha feilen med den kryssede feilen til stede og begge sensorene viser det samme når de ikke skulle gjøre det, så er én sensor feil med 2,3 %, gitt antakelsen at den ene sensoren viser korrekt verdi. Den antakelsen baserer seg på at silikonpasta ble erstattet en rekke ganger, men ingen slik feil oppsto på nytt, og at sensorene viste ulike resultater som var proporsjonale med resultatet. Resultater som ga lavt maksimumstrykk, P_m , viste en differanse på 0,2 barg som er innenfor toleransevinduet, mens på høyere resultater typisk 8 barg var trykkdifferansen 0,4 barg. Den riktige verdien er altså midt mellom de to sensorene.

Nå som begge sensorene viste samme verdi, hvilken sensor er det som har vist feil? Den som viser høy verdi eller den som viser lav verdi?

4.4.2 Videre testing av H100 for å finne hvilken sensor som viste feil

For å finne ut av dette ble det skutt 11 repetisjoner på punktet med de høyeste verdiene for P_m og $(dP/dt)_m$. Dette punktet tilhørte H100 ved konsentrasjonen $c = 500 \text{ g m}^{-3}$. Figur 4-15 viser de nye verdiene sammen med originalverdiene for H100. Den opprinnelige serien for H100 hadde gjennomsnitt på $P_m = 9,43 \text{ barg}$ og $(dP/dt)_m = 693 \text{ barg/s}$. De nye 11 skuddene har gjennomsnitt $P_m = 9,71 \text{ barg}$ og $(dP/dt)_m = 669 \text{ bar s}^{-1}$. Den nye P_m er høyere, mens $(dP/dt)_m$ er lavere. Det er et ikke-avgjørende resultat og mer tolkning må til.



Figur 4-15 Plot som viser alle repetisjonens P_m og $(dP/dt)_m$ ved $c = 500 \text{ g m}^{-3}$ for H100. Y-aksen er trunkert.

P_m oppstår når alt oksygenet er forbrent. Det som kan påvirke den er hovedsakelig varmetap til omgivelsene og hvor raskt varmetapet foregår. Her er det ikke mange variabler. Det brenner til alt oksygenet er brent opp.

$(dP/dt)_m$ er vendepunktet på trykk-tid-kurven, der forbrenningshastigheten er som høyest. Her er det mange variabler som virker inn, som gode forbrenningsvilkår, riktig turbulens og lokal tilgang på oksygen og brensel. Det er svært mange variabler.

Siden det er flere variabler som påvirker med hver sin egen usikkerhet for $(dP/dt)_m$ anses snittet for de tre skuddene med $(dP/dt)_m$ for den originale H100-serien å være tilfeldig høy. P_m legges vekt på. Konklusjonen blir at resultatet justeres 2,3 % opp.

4.4.3 Matematisk utregning av korrigeringen

Sensorene har ulik sensitivitet og forsterkeren er satt opp slik at forsterkeren rapporterer 20 bar, basert på sensitiviteten (K) til sensoren.

Sensor 1 har sensitivitet $K_1 = 79,1$ pC/bar

Sensor 2 har sensitivitet $K_2 = 80,9$ pC/bar.

Det gir $\Delta K = 1,8$ pC/bar

La oss si man har et reelt trykk på $P = 9,0$ bar som måles på to sensorer. Disse sensorene rapporterer en ladning som er proporsjonal og lineær med trykket, men forsterkerinnstillingene er krysskoblet.

Sensor 1 med $K_1 = 79,1$ pC/bar vil da levere en ladning $C_1 = 9,0$ bar * $79,1$ pC/bar = $711,9$ pC.

Sensor 2 med $K_2 = 80,9$ pC/bar vil levere en ladning på $C_2 = 9,0$ bar * $80,9$ pC/bar = $728,1$ pC.

Men så krysskobles forsterkerinnstillingene, så signalet forsterkes med en faktor beregnet lineært fra sensitiviteten (K) til den andre sensoren.

$$P_1 = \frac{C_1}{K_2} = \frac{711,9 \text{ pC}}{80,9 \frac{\text{pC}}{\text{bar}}} = 8,7998 \text{ bar}$$

Rapportert trykk ut fra datamaskinen på sensor 1 er $8,7998$ bar, mens det reelle er $9,0$ bar.

$$P_2 = \frac{C_2}{K_1} = \frac{728,1 \text{ pC}}{79,1 \frac{\text{pC}}{\text{bar}}} = 9,2048 \text{ bar}$$

Rapportert trykk på sensor 2 er $9,2048$ bar, mens det reelle er $9,0$ bar.

Differansen er $P_2 - P_1 = 9,2048 \text{ bar} - 8,7998 \text{ bar} = 0,405 \text{ bar}$.

Ser man på snittet av de to resultatene ved krysskoblingen:

$$\frac{8,7998 \text{ bar} + 9,2048 \text{ bar}}{2} = 9,0023 \text{ bar} \approx 9,0 \text{ bar}$$

Dette betyr at snittet vil vise korrekt verdi, men siden differansen mellom sensorene er over $0,3$ bar vil det flagges som feil i programvaren.

Siden kun én sensor nå viser riktig resultat, må resultatet justeres opp eller ned. Ser da på hver sensor for å finne med hvor mye:

$$\frac{P_{\text{reell}} - P_{\text{målt}}}{P_{\text{målt}}} \times 100 = \text{korrigeringsprosent}$$

$$\frac{9,0 \text{ bar} - 8,7798 \text{ bar}}{8,7798 \text{ bar}} \times 100 = 2,276 \%$$

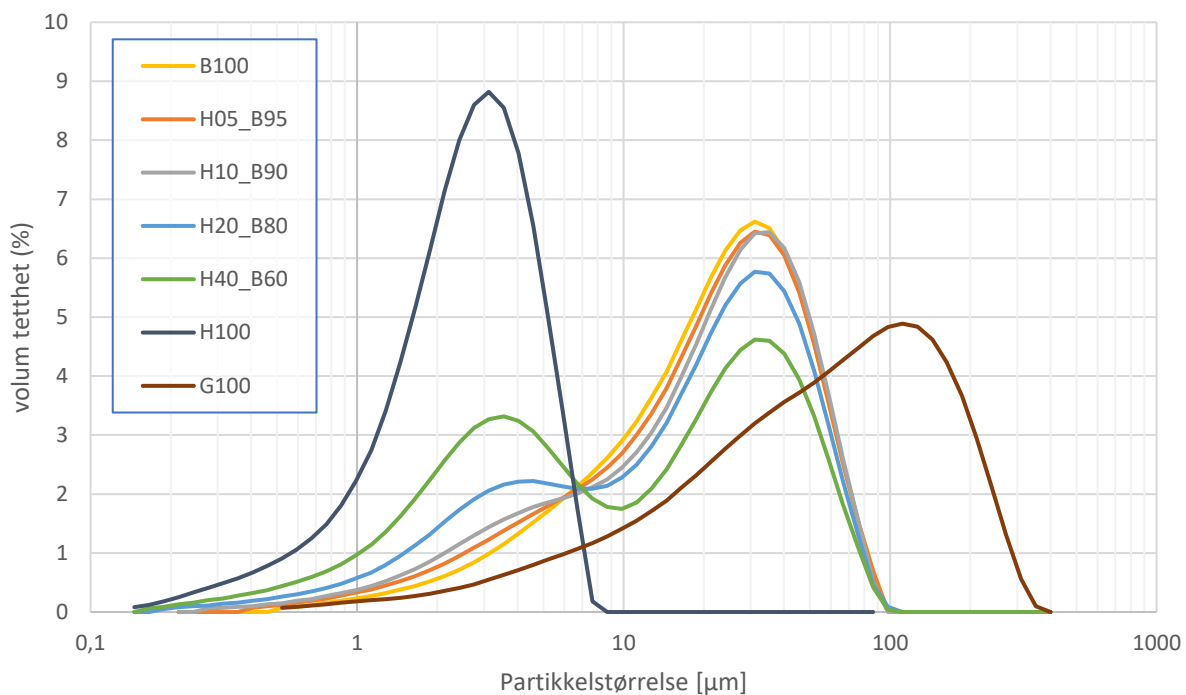
$$\frac{9,0 \text{ bar} - 9,2048 \text{ bar}}{9,2048 \text{ bar}} \times 100 = -2,248 \%$$

Siden konklusjonen er at man skal runde opp, så blir korreksjonsfaktoren $2,3$ % opp.

En annen metode som gir samme resultat er å se på prosentene $\frac{\Delta K}{K_1}$ og $\frac{\Delta K}{K_2}$.

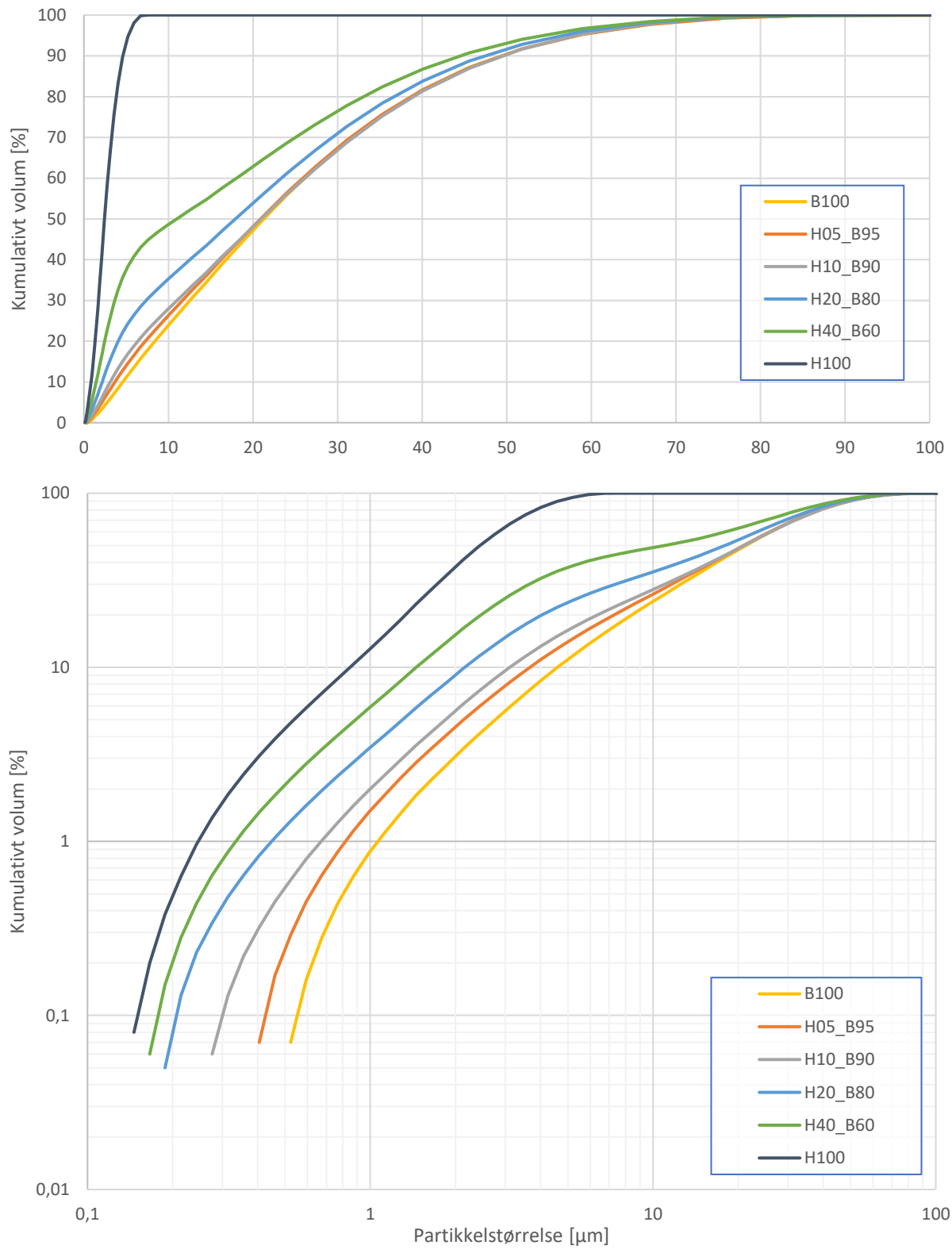
4.5 Resultater fra Malvern

Figur 4-16 viser partikkelstørrelsesfordelingen for referansestøvene stoff H (H100) og stoff B(B100), blandingene fra disse og stoff G (G100). H20_B80 og H40_B60 får to toppunkt.



Figur 4-16 Partikkelstørrelsesfordelingene til referansestøvene B100 og H100, blandinger fra disse og G100. Dataene er hentet fra Malvern-rapportene (se Tillegg A).

Figur 4-17 viser kumulativt volum av referansestøvene H og B og disses blandinger.



Figur 4-17 Plot av kumulativ partikkelstørrelsesfordeling av referansepøvene stoff H og B og blandingsene fra disse med normal visning (øverst) og presentert i log-log form(nederst).

Parameterne fra Malvern-analysene vises i Tabell 4-4.

Tabell 4-4 Aktuelle resultater fra Malvern-undersøkelsene av støvene

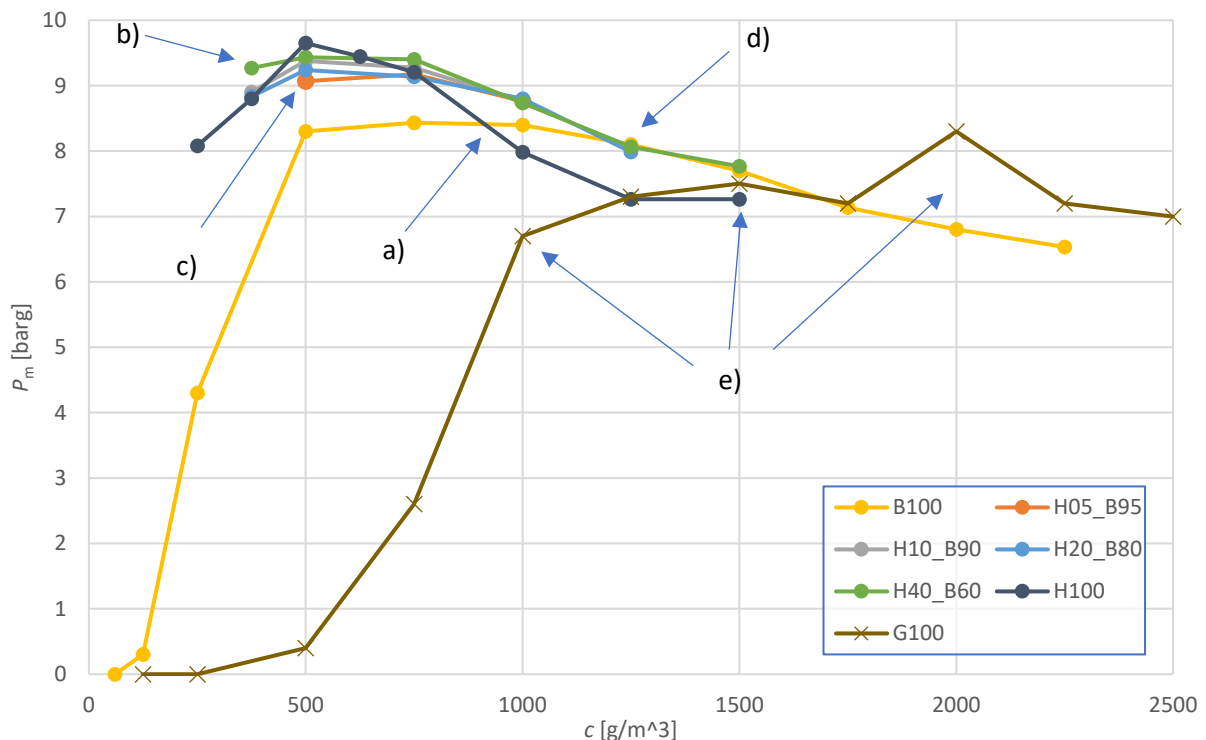
Prøve	D50 [μm]	D10 [μm]	D90 [μm]	D100 [μm]	D[3,2] [μm]	D[4,3] [μm]	SSA [m²/kg]
B100	24,1 ± 2,4	5,23	56,0	105	11,2	27,8	230,5
H05_B95	23,7 ± 2,4	4,16	56,1	107	9,38	27,3	274,6
H10_B90	23,8 ± 2,4	3,54	56,2	98,0	8,16	27,1	315,6
H20_B80	20,3 ± 2,0	2,46	54,0	111	5,77	24,4	446,2
H40_B60	12,4 ± 1,2	1,65	50,6	110	3,84	20,2	670,4
H100	2,77	0,964	5,25	8,65	1,81	2,97	1423
G100	62,0 ± 6,2	8,67	191	397	18,0	83,1	142,7

5 Diskusjon

5.1 Sammenlikning av de forskjellige blandingene

Figur 5-1 viser alle gjennomsnittsverdier for maksimumstrykk, P_m , mot støvkonsentrasjonen, c , samlet i et plott for referansekøvene H og B, blandingene fra disse og stoff G. Noen observasjoner gjøres:

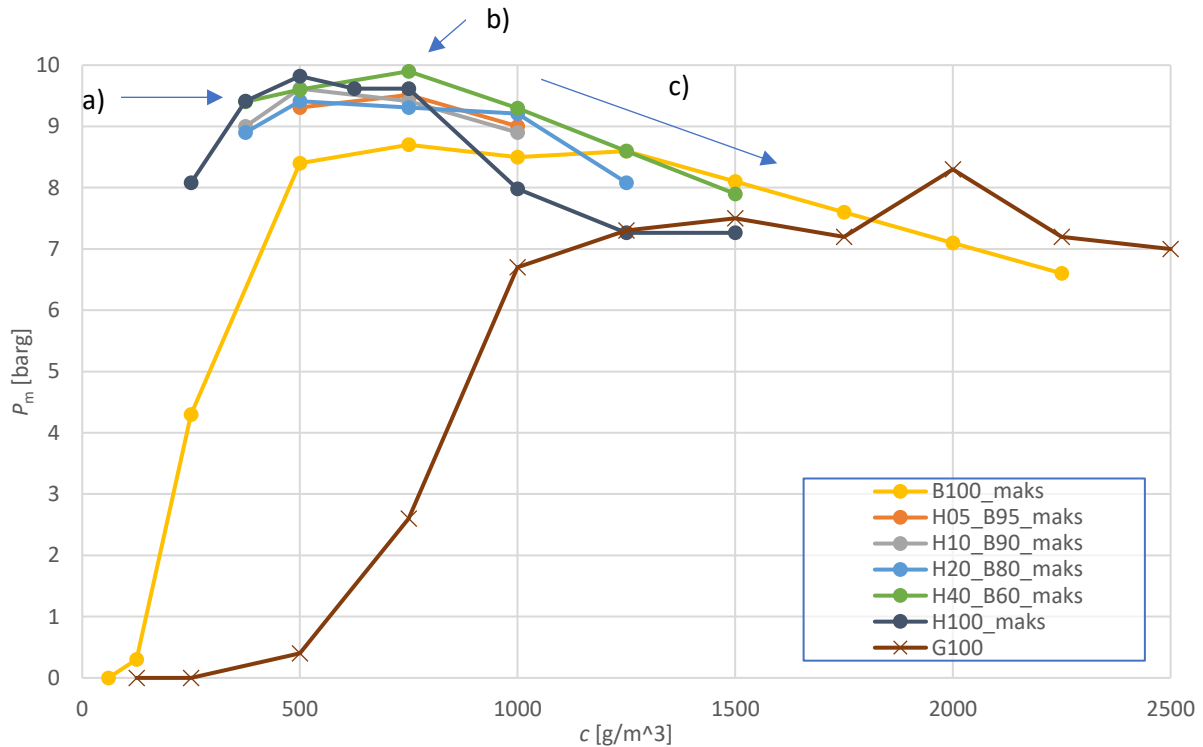
- Referansekøvet H100 stiger opp til toppunkt ved $c = 500 \text{ g m}^{-3}$ og faller ned under referansekøvet B100 ved $c = 1000 \text{ g m}^{-3}$, og forblir lavest referansekøvene (og blandingene).
- Blanding H40_B60 ved $c = 375 \text{ g m}^{-3}$ har den høyeste gjennomsnittsverdien, høyere enn referansekøvet H100. Men ved denne konsentrasjonen er det inkludert en lav utligger for gjennomsnittsverdien til H100. Ved å se på Figur 5-2 som viser maksimumsverdiene så ligger H100 og H40_B60 på samme verdi ved $c = 375 \text{ g m}^{-3}$.
- Blanding som har fått tilført den minste mengden finstø, H05_B95, nærmer seg H100 mye mer enn 5 % skulle tilsi ved $c = 500 \text{ g m}^{-3}$ og ved $c = 750 \text{ g m}^{-3}$ er H05_B95 likt med H100.
- Grafen for H40_B60 har falt ned til grafen til referansekøvet B100 ved $c = 1250 \text{ g m}^{-3}$ og følger den videre. Ved denne konsentrasjonen hadde ekstra tilførsel av finstoff ingen betydning for P_m .
- G100 oppnår først $P_m = 7 \text{ bar s}^{-1}$ ved $c = 1000 \text{ g m}^{-3}$ og stiger videre opp til $c = 1500 \text{ g m}^{-3}$ hvor det legger seg rundt samme verdi som blandingene og deretter har høyere P_m enn B100. Siden $D[3,2]$, D_{10} og til G100 er så mye høyere enn for de andre støvene, så trenger G100 høyere konsentrasjon for å få nok tilgang på de fine partiklene som brenner raskest. Når trykket kun blir $P_m = 2,7 \text{ barg}$ ved $c = 750 \text{ g m}^{-3}$ har ikke alt oksygenet blitt konsumert. At G100 har høyere P_m enn B100 ved $c > 2000 \text{ g m}^{-3}$ er interessant.



Figur 5-1 Gjennomsnittsverdier for maksimumstrykk, P_m , for stoff H, B, blandingene fra disse og stoff G

Figur 5-2 viser maksimumsresultatene for maksimumstrykk, P_m . Noen observerte punkter er:

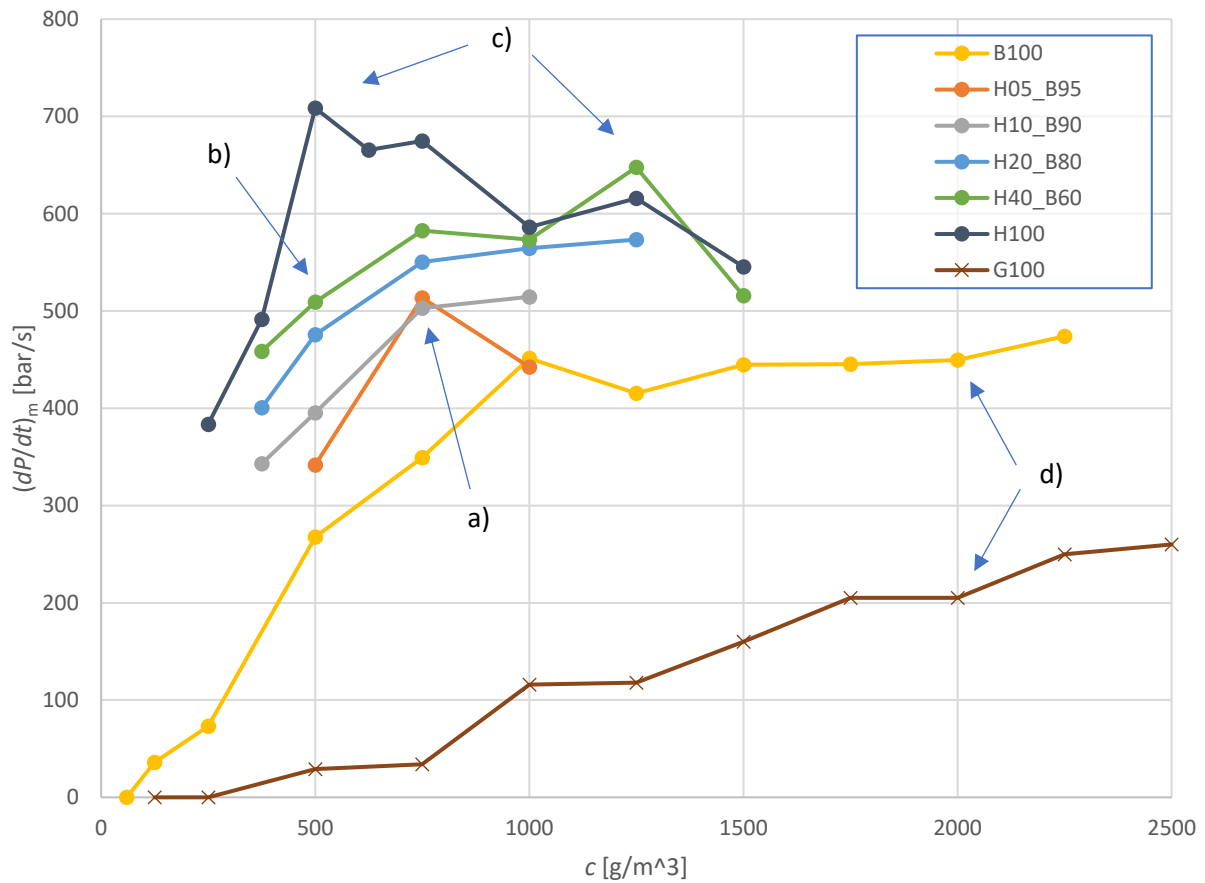
- Ved $c = 500 \text{ g m}^{-3}$ er maksimumstrykkene for H100 og H40_B60 likt.
- Toppunktet for H40_B60 flyttes til $c = 750 \text{ g m}^{-3}$ og er høyere enn H100s toppunkt.
- Hvorpå grafen så faller ned til grunnlinjen B100 ved $c = 1250 \text{ g m}^{-3}$, nærmest som en forlengelse av B100. Gjennomsnittsverdien viser det samme. Det betyr at det er først ved de magrere konsentrasjoner at de fine partiklene i blandingene øker makstrykket, P_m .



Figur 5-2 Maksimumsverdier for maksimumstrykk, P_m , for stoff H, B, blandingene fra disse og stoff G

Figur 5-3 viser alle støvenes gjennomsnittsverdier for maksimum trykkstigningshastighet, $(dP/dt)_m$, mot konsentrasjon for støvene. Følgende observasjoner gjøres:

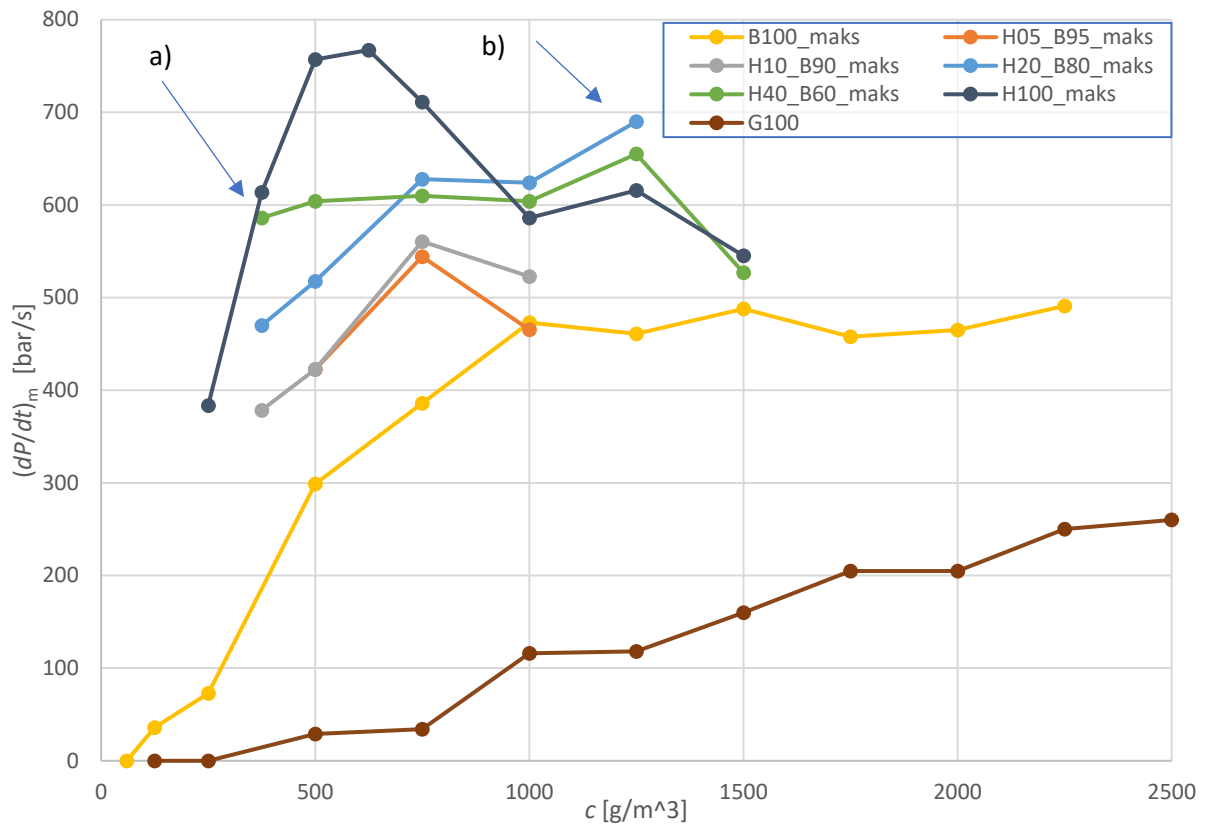
- Igjen viser blandingen med en liten andel finstoff tilsatt, H05_B95, en markant økning fra grunnlinjen, B100. Toppunktet ved $c = 750 \text{ g m}^{-3}$ er betydelig høyere enn grunnlinjen B100. Grafen faller ned til grafen for referansen B100 ved $c = 1000 \text{ g m}^{-3}$.
- Blandingene legger seg jevnt fordelt i maksimum trykkstigningshastighet, $(dP/dt)_m$, i henhold til andel stoff H, men når ikke opp til samme toppunkt som H100 ved $c = 500 - 750 \text{ g m}^{-3}$.
- H100 har toppunkt ved $c = 500 \text{ g m}^{-3}$. H40_B60 får sitt toppunkt ved $c = 1250 \text{ g m}^{-3}$. Ved den konsentrasjonen har H40_B60 samme mengde H100 som H100 ved $c = 500 \text{ g m}^{-3}$. Det er en sterk indikasjon på at det er de minste partiklene som er av betydning.
- For maksimaltrykk, P_m , krysser G100 referankestøvet B100 ved $c = 2000 \text{ g m}^{-3}$. For $(dP/dt)_m$ er dette ikke tilfellet. G100s verdier er halvparten av B100s.



Figur 5-3 Gjennomsnittsverdier for maksimum trykkstigningshastighet, $(dP/dt)_m$, for stoff H, B, blandingene fra disse og stoff G

Figur 5-4 viser maksimumsverdiene for maksimum trykkstigningshastighet, P_m , mot konsentrasjon for støvene. Følgende observasjoner gjøres:

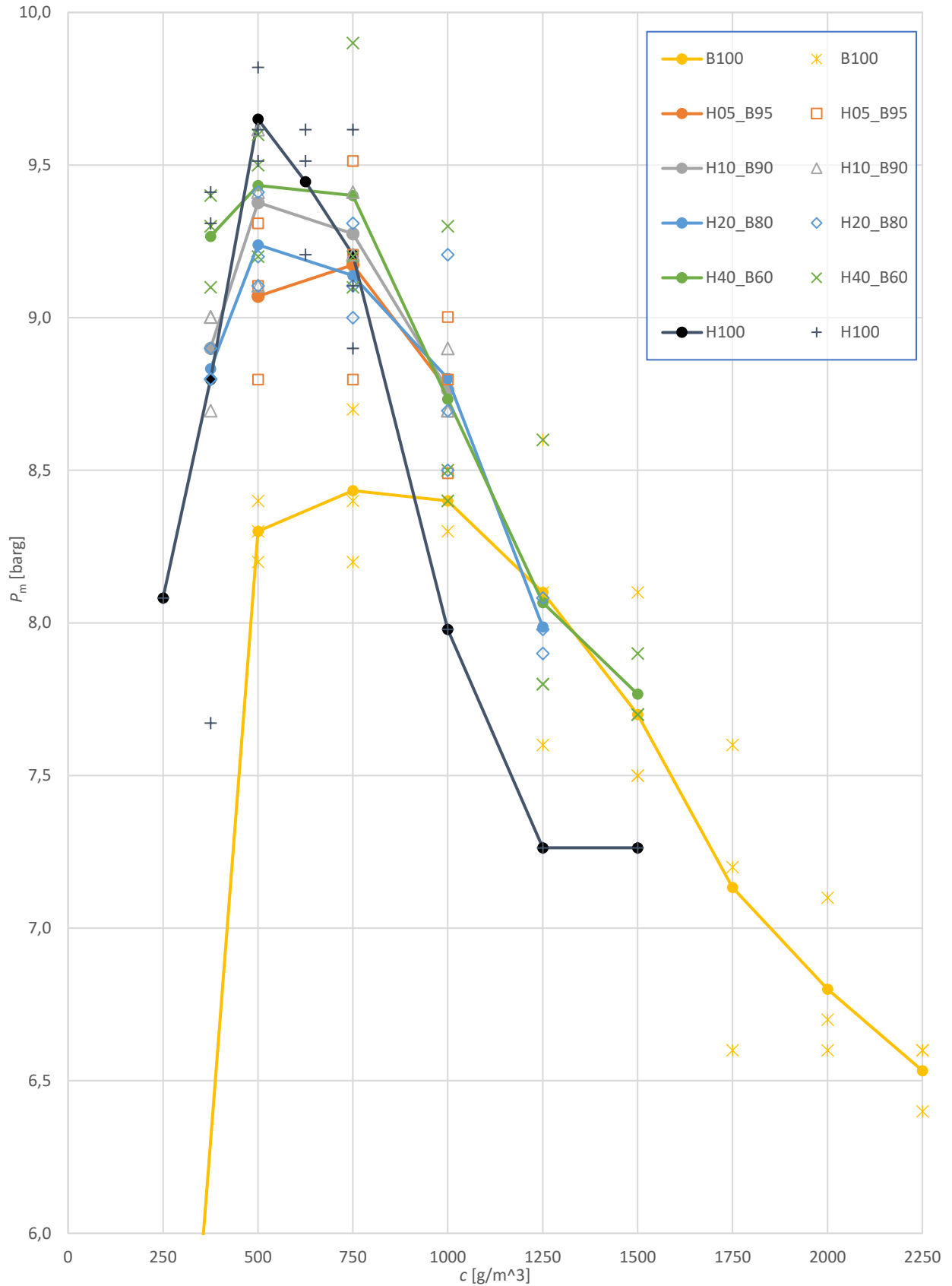
- a) H40_B60 ligger rett ved referansen H100 ved $c = 375 \text{ g m}^{-3}$ og beveger seg nærmest vannrett uten hoppet i $(dP/dt)_m$ som H100 har
- b) H20_B80 passerer H40_B60 og gir høyeste trykk ved $c = 1250 \text{ g m}^{-3}$.



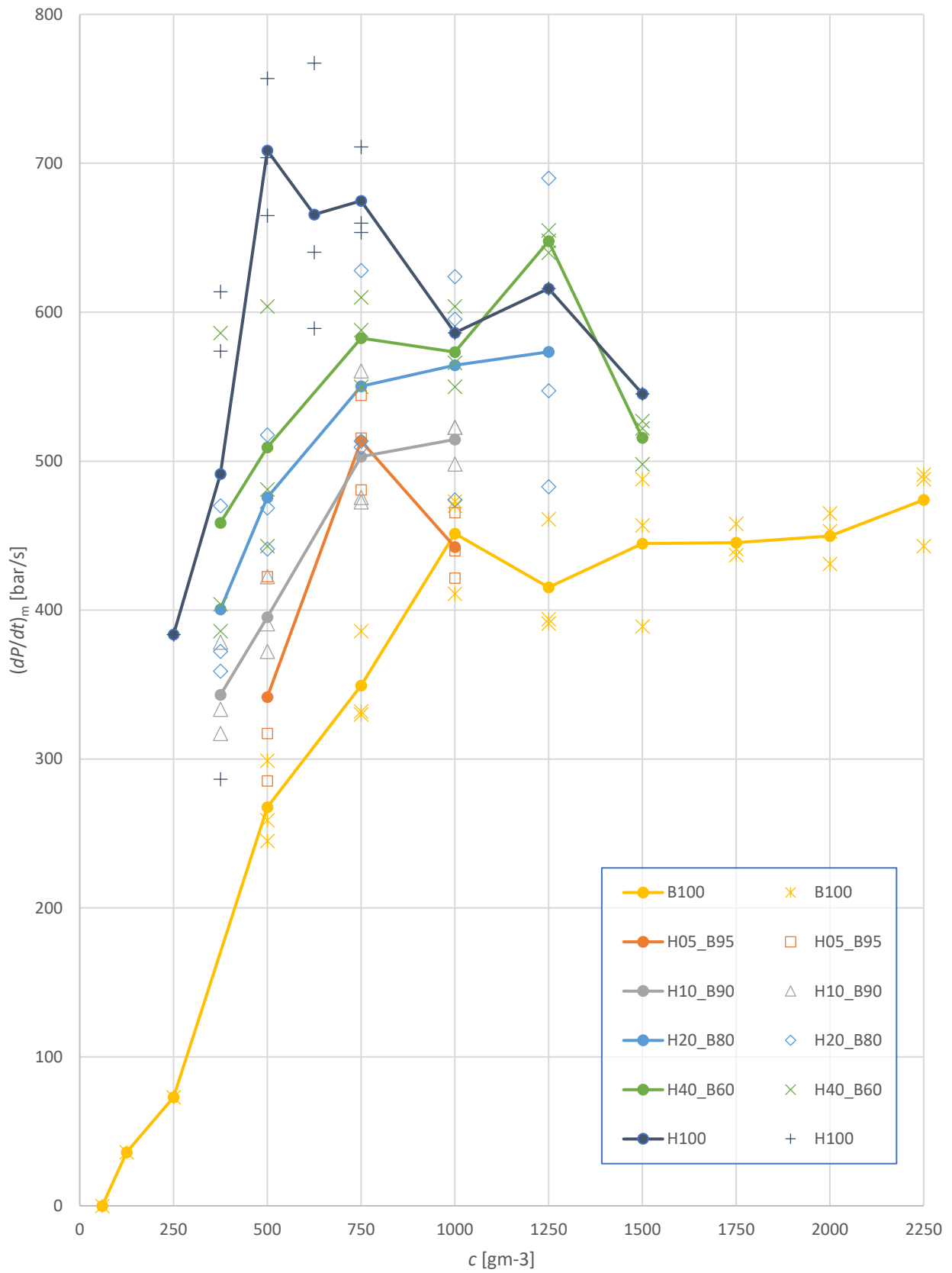
Figur 5-4 Maksimumsverdiene for maksimum trykkstigningshastighet, P_m , for stoff H, B, blandingene fra disse og stoff G

Figur 5-5 Viser alle resultatene for maksimumstrykk, P_m , i samme plott for referansestøvene H og B og disses blandinger. Grafen er trunkert.

Figur 5-6 viser alle resultatene for maksimum trykkstigningshastighet, $(dP/dt)_m$, for stoff H, B og disses blandinger.



Figur 5-5 Gjennomsnittsverdier og alle punktene for maksimumstrykk, P_m , fra referansestøvene stoff H, B og alle blandingene av disse. Y-aksen er trunkert.



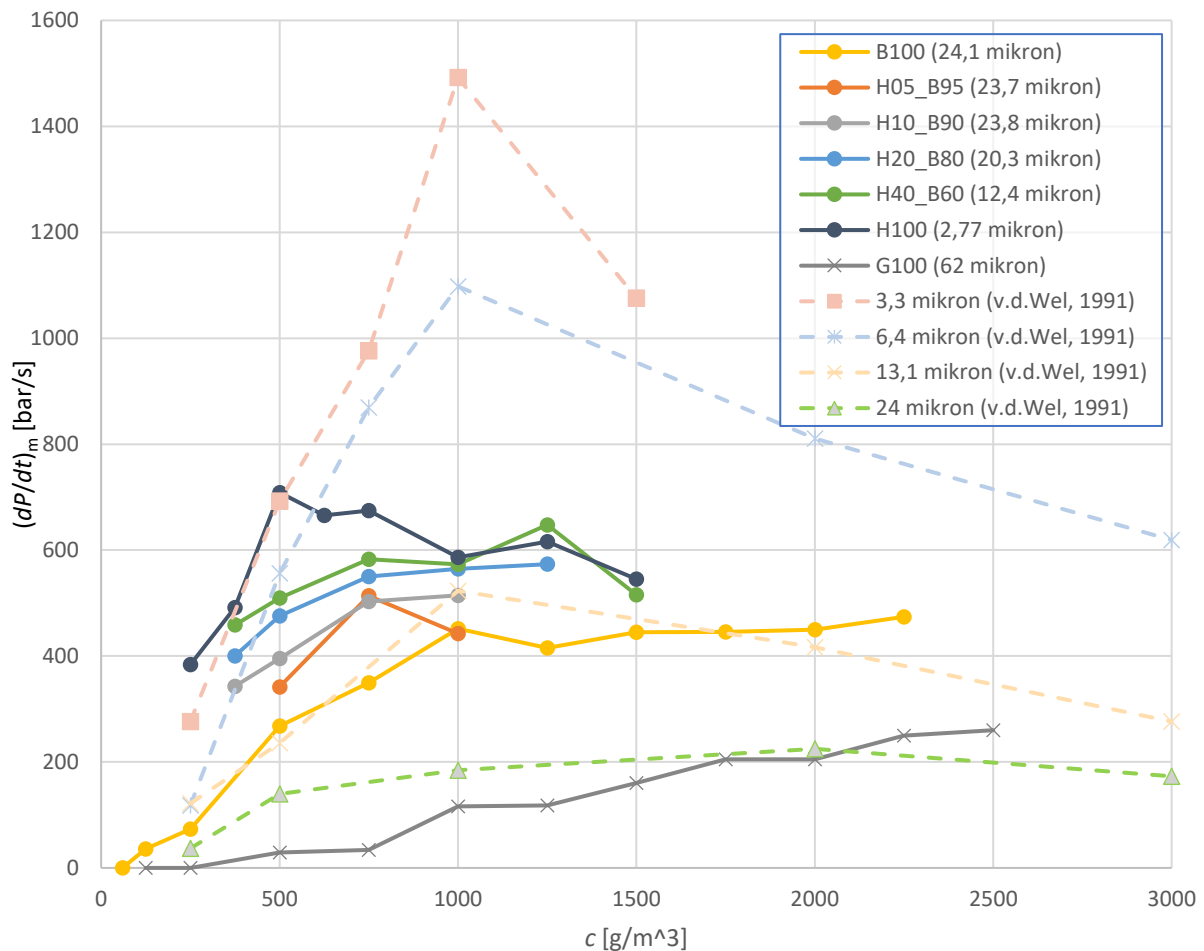
Figur 5-6 Gjennomsnittsverdier for maks trykkstigningshastighet, $(dP/dt)_m$, og alle punktene for alle serier for stoff H, B og blandingerne av disse

5.1.1 Resultater sett opp mot tidligere resultater

Masteroppgavens resultater sammenliknet med resultatene til van der Wel et al (1991)

Figur 5-7 viser resultatene mot van der Wel et al (1991). De fant toppunkter ved $c = 1000 \text{ g m}^{-3}$ og $(dP/dt)_{\text{maks}}$ på 1500 bar s^{-1} ved 3,3 mikron, et toppunkt som er dobbelt så høyt som H100 (2,77 mikron). 24 mikron har kun 225 bar s^{-1} ved mot B100 (24,1 mikron) har 474 bar s^{-1} .

H100 er silt ned til $8 \mu\text{m}$. Det kan være en av årsakene til at H100 gir toppunkt på $c = 500 \text{ g m}^{-3}$. B100 har partikler helt opp til drøye 100 mikron og har sekundært toppunkt på $c = 1000 \text{ g m}^{-3}$, og toppunkt ved $c = 2250 \text{ g m}^{-3}$. Tendensen stemmer godt overens med tendensen til van der Wels, men verdiene er dobbelt så høye.



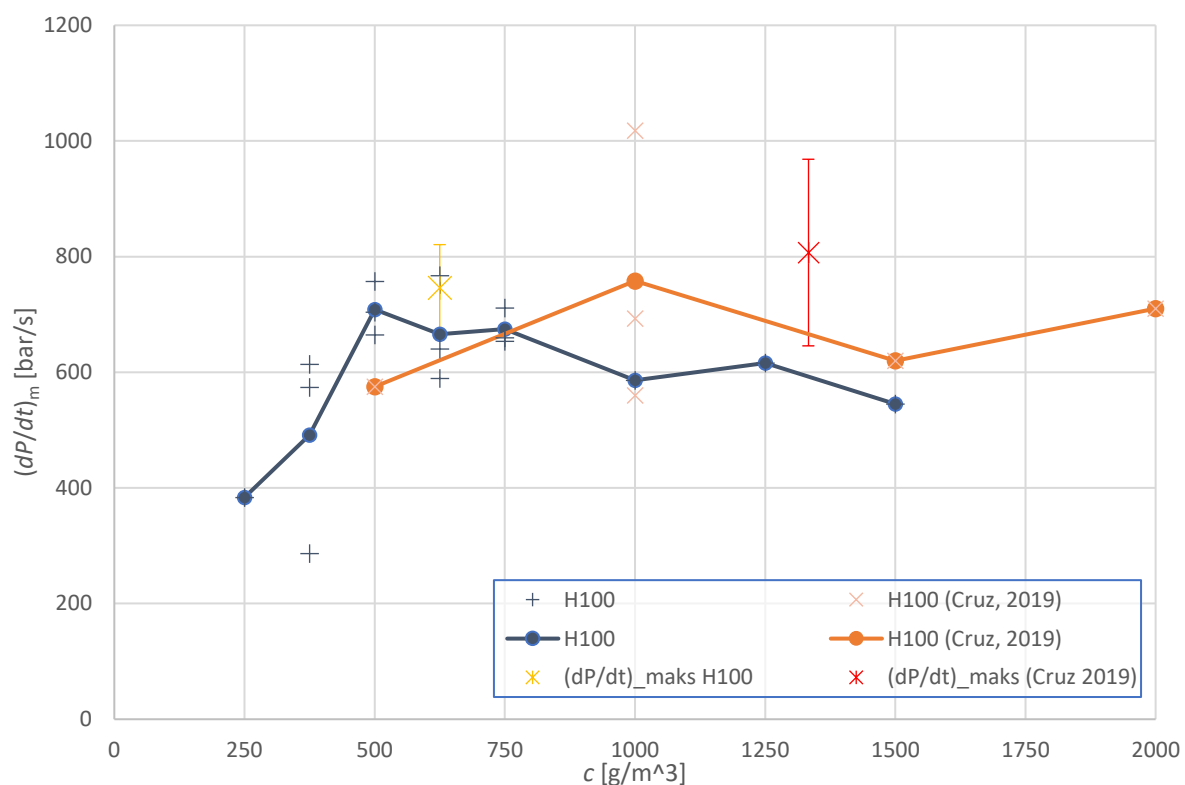
Figur 5-7 Plott som viser maksimum trykkstigningshastighet, $(dP/dt)_m$ fra eksperimentene utført i denne oppgaven og av van der Wel et al. (1991).

Masteroppgavens resultater for H100 sammenliknet med resultatene til Cruz (2019)

Cruz (2019) brukte støv tilsvarende H100 i sin bacheloroppgave hvor han med hjelp av Gexcons 20-liters kammer så på forsinkelsestidens effekt på eksplosjoner. Tabell 5-1 sammenfatter hans resultater og denne oppgavens resultat på H100. Der kan vi lese at hans verdier er noe høyere enn denne oppgavens verdier. Gexcons 20-liters kammer gir generelt noe høyere resultater enn UiBs kammer (van Wingerden, M. T. J., personlig kommunikasjon, 2021). Figur 5-8 og Figur 5-9 viser Cruzes eksplosjonsverdier plottet i samme plot som H100. Hans resultater viser stor spredning på $(dP/dt)_m$ fra 560 bar s^{-1} til 1020 bar s^{-1} , mens P_m lå jevnt på 10,0 til 10,4 barg.

En stor forskjell er at han fant toppunktene ved $c = 1000 \text{ g m}^{-3}$, mens denne oppgaven fant toppunkt ved $c = 500 \text{ g m}^{-3}$. Resultatene er noe vanskelig å sammenlikne da oppløsningen på Cruzes serie er liten der han hadde intervall på 500 g m^{-3} og han repeterte kun ved toppunktet. Dette antakeligvis grunnet begrenset tilgang til kjemiske tennere. Prosedyren for å finne $(dP/dt)_{maks}$ og P_{maks} er ikke fulgt. Hans punkt $(dP/dt)_{maks} = 807 \text{ bar s}^{-1}$ er usikkert, noe som reflekteres i de ekstra store feillinjene.

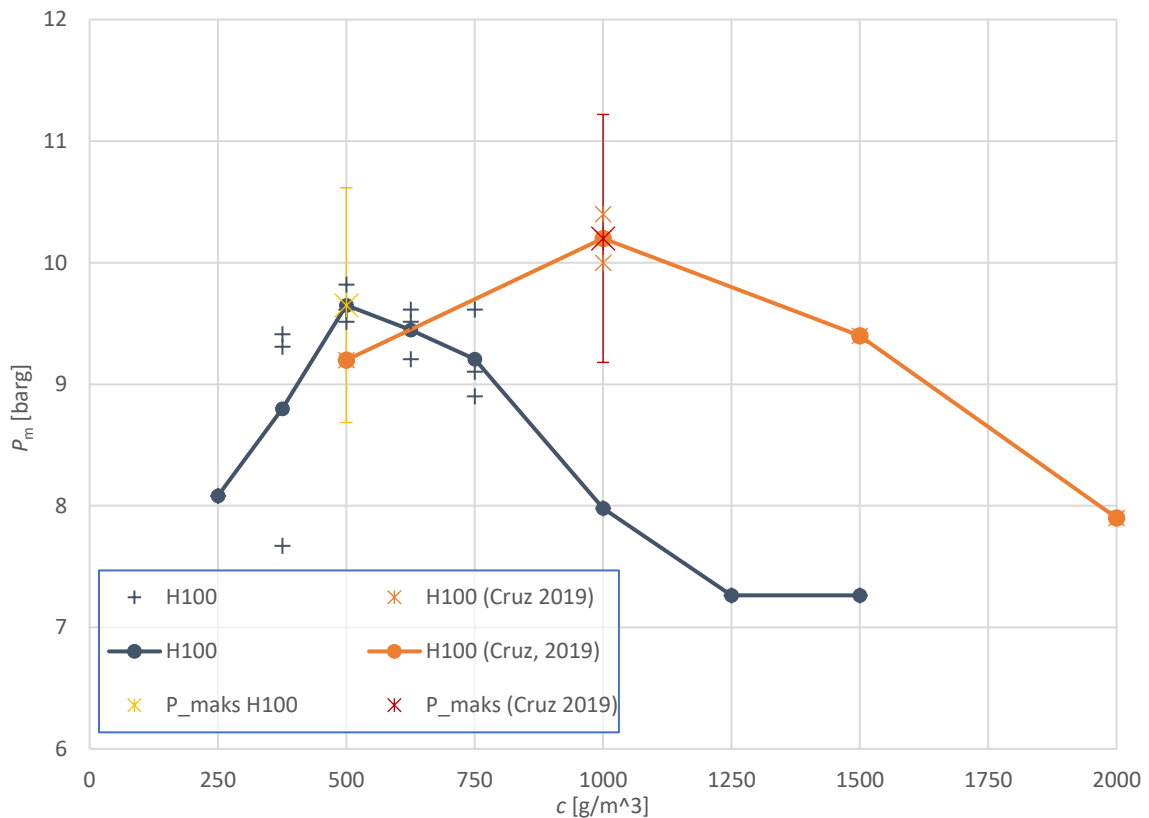
Hans resultat $(dP/dt)_m = 1020 \text{ bar s}^{-1}$ kan være en utligger. Om det er en reell utligger eller ei er vanskelig å si grunnet det lave antallet repetisjoner på verdiene rundt. Ingen av denne oppgavens resultater har vært i nærheten av 1000 bar s^{-1} . Van der Wel et al (1991) hadde ved $c = 1000 \text{ g m}^{-3}$ $(dP/dt)_m = 1500 \text{ bar s}^{-1}$ for støv med $D50 = 3,3 \text{ }\mu\text{m}$. Cruzes laveste $(dP/dt)_m$ -verdi ved $c = 1000 \text{ g m}^{-3}$ er på nivå med denne oppgavens resultat.



Figur 5-8 Maksimum trykkstigningshastighet, $(dP/dt)_m$, og $(dP/dt)_{maks}$ for H100 og støv tilsvarende H100 (Cruz, 2019)

Tabell 5-1 Denne oppgavens H100-verdier og Cruzes (2019) verdier for tilsvarende støv

	H100 snitt-verdier	H100 maksverdi	H100 ekstra serie, snittverdier	H100 ekstra serie, maksverdi	H100 (Cruz, 2019)	H100 maks (Cruz, 2019)
P_m [barg]	$9,7 \pm 1,0$	9,8	$9,7 \pm 1,0$	9,9	10,2	10,4
$(dP/dt)_m$ [bar s^{-1}]	709 ± 106	765	669 ± 100	887	807	1020



Figur 5-9 Maksimumstrykk, P_m og P_{maks} , for H100 og for støv tilsvarende H100 (Cruz, 2019). Y-aksen er trunkert.

5.2 Eksplosjonsverdier mot partikkelstørrelsesverdiene fra Malvern

I dette kapitlet blir støvenes eksplosjonsdata koblet mot forskjellige metoder å representere partikkelstørrelsesfordelingen fra Malvern-analysen for å undersøke om det er korrelasjoner.

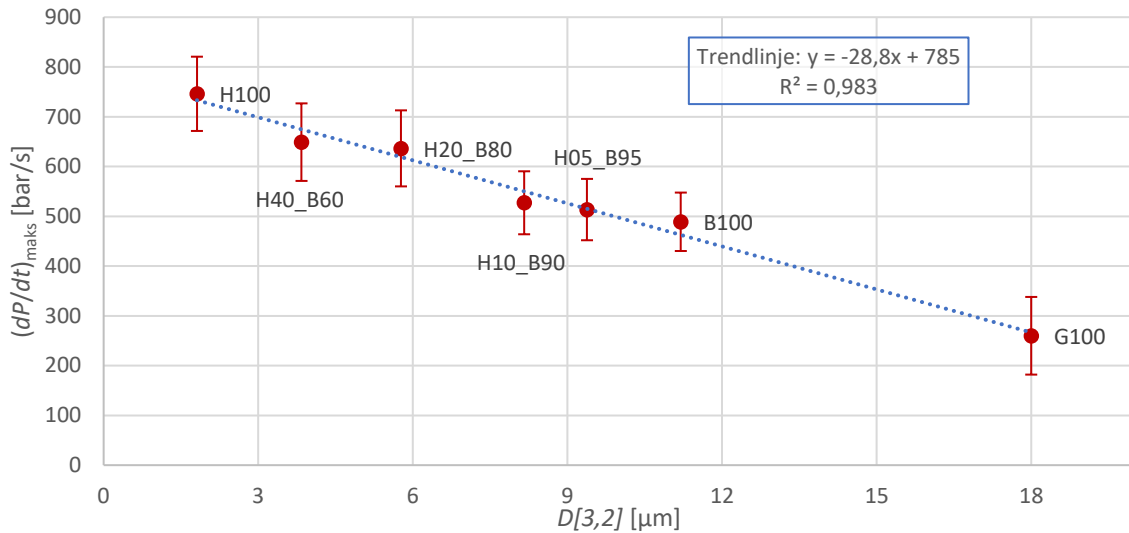
5.2.1 Analyse av maksimum trykkstigningshastighet $(dP/dt)_{maks}$ mot partikkelstørrelsesparametere

Ved å plote $(dP/dt)_{maks}$ mot støvenes partikkelstørrelsesparameter $D[3,2]$, som i Figur 5-10, vises en korrelasjon mellom maksimum trykkstigningshastighet, $(dP/dt)_{maks}$, og partiklens overflatevektet gjennomsnitt, $D[3,2]$. Trendlinjen, med $R^2 = 0,983$ blir:

$$y = -28,8 x + 785$$

Basert på eksperimentene i fra UiB så kan maksimum trykkstigningshastighet, $(dP/dt)_{maks}$, skrives som en funksjon av $D[3,2]$:

$$\left(\frac{dP}{dt}\right)_{maks} \left[\frac{\text{bar}}{\text{s}}\right] = 785 - 28,8 D[3,2] \quad (5.1)$$



Figur 5-10 Maksimum trykkstigningshastighet, $(dP/dt)_{\text{maks}}$, plottet mot partiklenes overflatevektet gjennomsnitt, $D[3,2]$, for stoff H, B, blandinger av disse og stoff G

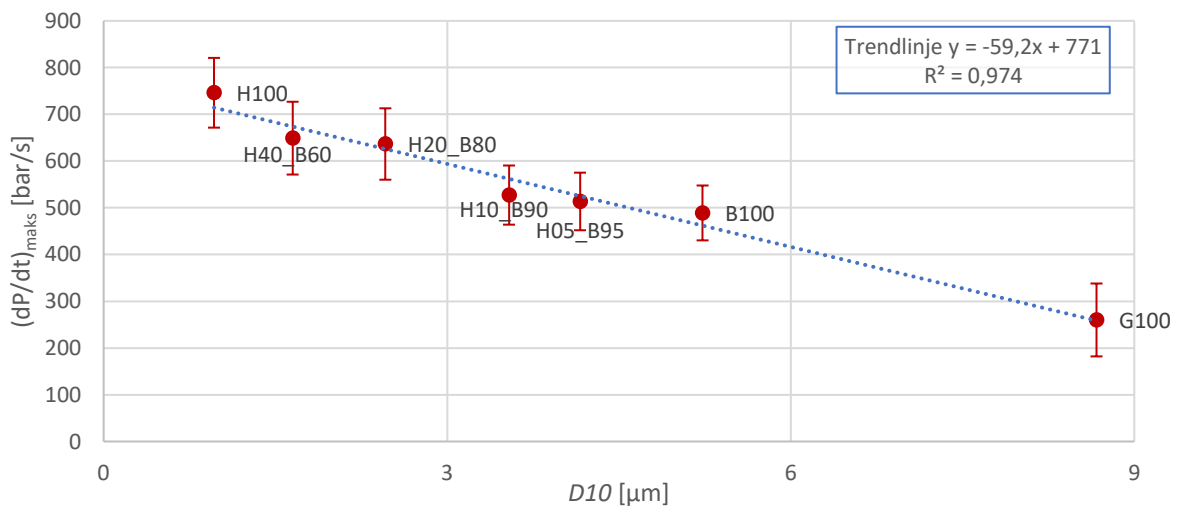
Ved å plote $(dP/dt)_{\text{maks}}$ mot $D10$ som i Figur 5-11 ser man også en korrelasjon mellom støvblandingenes og referansestøvenes maksimum trykkstigningshastighet og $D10$. Trendlinjen, med $R^2 = 0,974$ blir:

$$y = -59,2x + 771$$

Som igjen betyr at man kan skrive maksimum trykkstigningshastighet som en funksjon av $D10$:

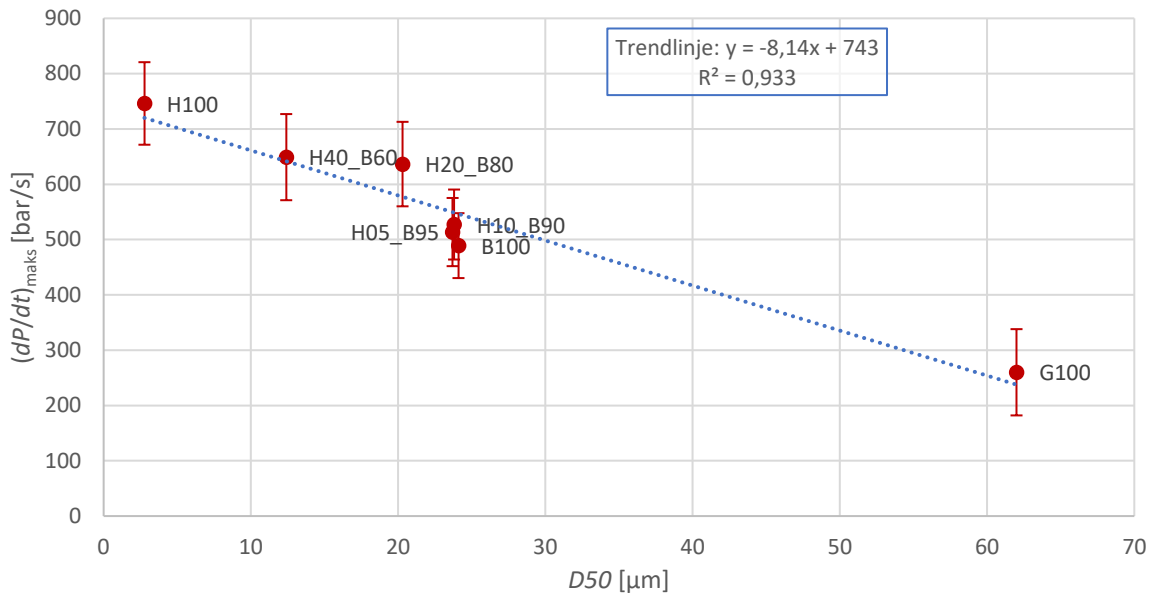
$$\left(\frac{dP}{dt}\right)_{\text{maks}} \left[\frac{\text{bar}}{\text{s}}\right] = 771 - 59,2 D10 \quad (5.2)$$

De eksperimentelle resultatene oppnådd i denne oppgaven gir god korrelasjon for $(dP/dt)_{\text{maks}}$ for $D10$. Hva så med $D50$?



Figur 5-11 Maksimum trykkstigningshastighet, $(dP/dt)_{\text{maks}}$, plottet mot partikkelstørrelsesparameteren $D10$ for stoff H, B, blandinger av disse og stoff G

Ved å plote $(dP/dt)_{\text{maks}}$ mot $D50$ som i Figur 5-12 klumper H10_B90, H05_B95 og B100 seg sammen rundt samme $D50$ -verdi. Det er korrelasjon da man er innenfor usikkerheten, men korrelasjonen er ikke like god som resultatene mot parameterne $D[3,2]$ og $D10$.

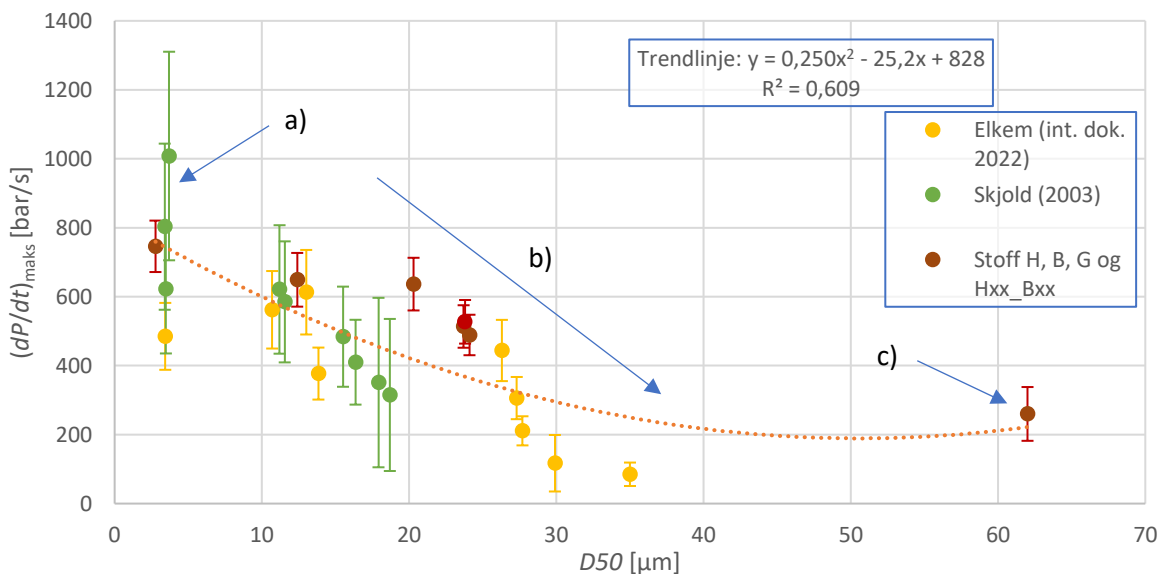


Figur 5-12 Maksimum trykkstigningshastighet, $(dP/dt)_{\text{maks}}$, plottet mot partikkelstørrelsesparameteren $D50$ for stoff H, B, blandingen av disse, og stoff G

Ved å legge til flere datapunkt fra eksterne kilder, Elkem (internt dokument, 2022) og Skjold (2003) gir ikke $D50$ lenger korrelasjon, se Figur 5-13. Noen observasjoner:

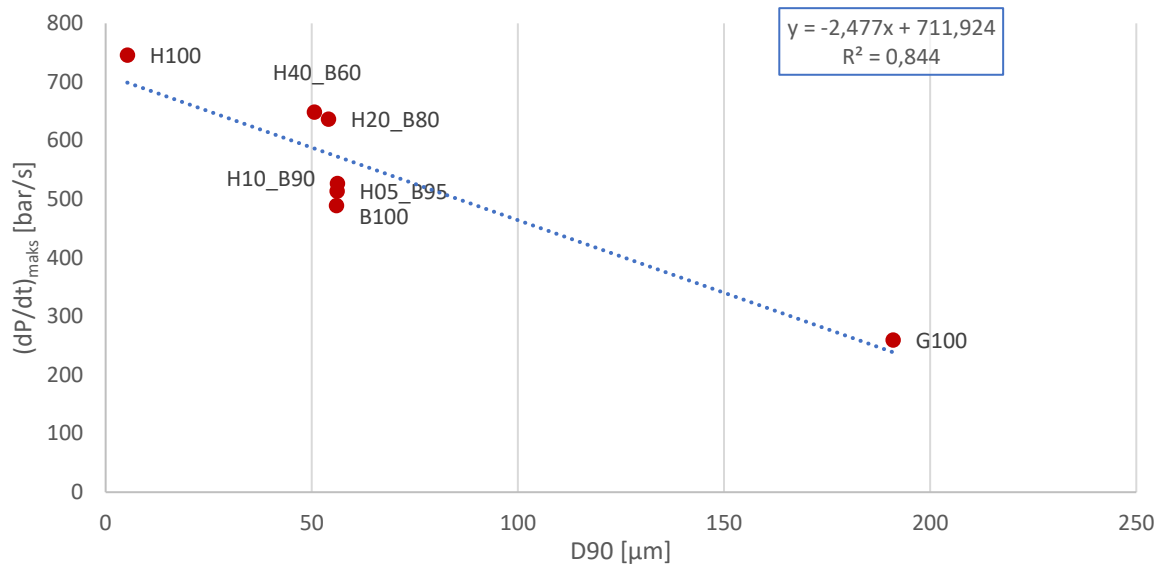
- Ved $D50 = 3-5 \mu\text{m}$ er det stor spredning i $(dP/dt)_{\text{maks}}$ -verdiene med $485 \pm 58 \text{ bar s}^{-1} < (dP/dt)_{\text{maks}} > 1008 \pm 302 \text{ bar s}^{-1}$. Det er så store hopp i $(dP/dt)_{\text{maks}}$ -verdiene at det er vanskelig å se korrelasjon her.
- Det er en tendens her i denne delen av datasettet hvor $(dP/dt)_{\text{maks}}$ synker med $D50$. Hvis man ekstrapolerer denne delen så vil $(dP/dt)_{\text{maks}}$ kunne passere 0 ved $D50 = 40$, men ...
- Men punktet ute på $D50 = 62 \mu\text{m} \pm 6 \mu\text{m}$ eksisterer.

Det er ikke korrelasjon i dette datasettet.



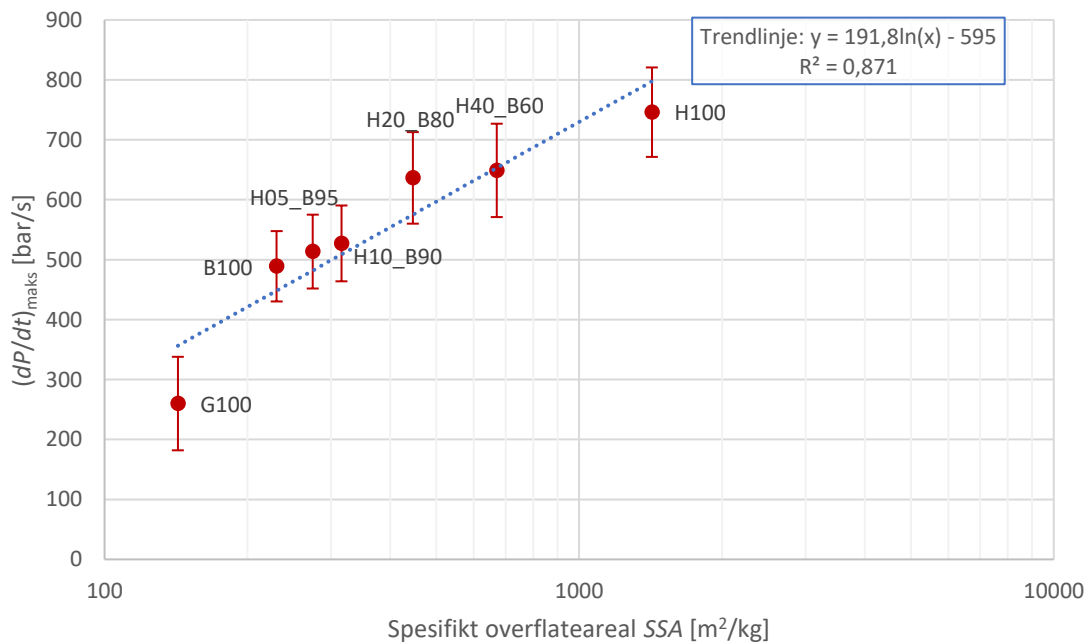
Figur 5-13 Maksimum trykkstigningshastighet, $(dP/dt)_{\text{maks}}$, plottet mot partikkelstørrelsesfordelingens parameter $D50$, for stoff H, B, blandingen av disse, stoff G og tilgjengelig data fra Skjold (2003) og Elkem (internt dokument, 2022). Det er ikke korrelasjon i disse dataene.

Maksimum trykkstigningshastighet plottet mot D_{90} -verdien (Figur 5-14) viser mer av det samme som D_{50} -verdien for alle data. Store hopp i $(dP/dt)_{maks}$ på små forskjeller i D_{90} -verdi rundt $D_{90} = 50 \mu\text{m}$. Det er ingen korrelasjon mellom D_{90} og maksimum trykkstigningshastighet, $(dP/dt)_{maks}$.



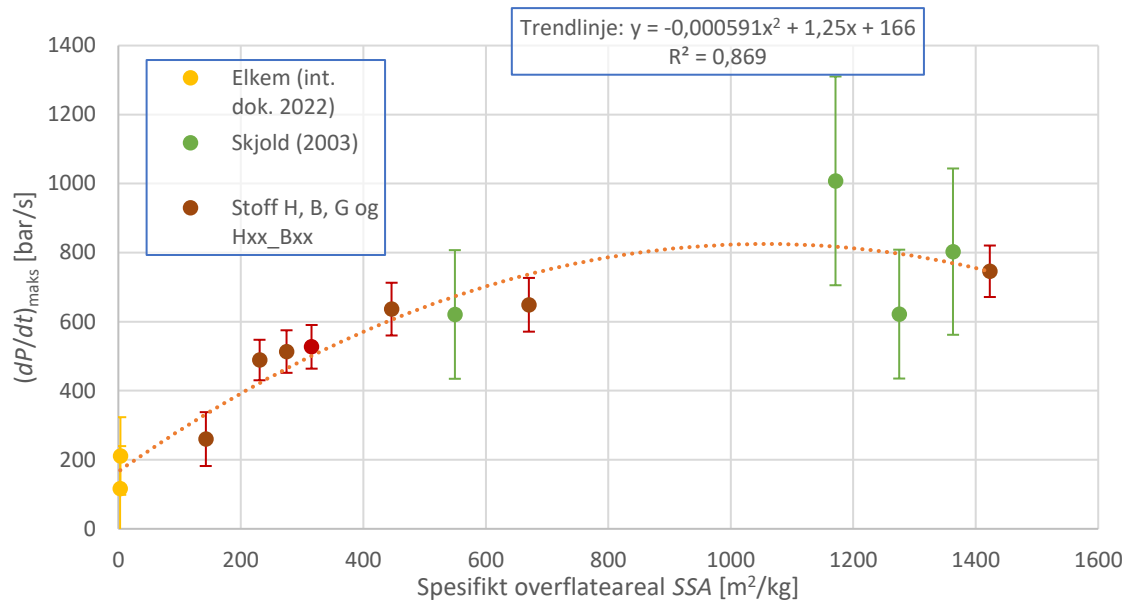
Figur 5-14 Maksimum trykkstigningshastighet, $(dP/dt)_{maks}$, plottet mot partikkelstørrelsesfordelingens parameter D_{90} , for stoff H, B, og disses blandinger og stoff G. Feillinjene er utelatt for økt lesbarhet. For feillinjer se tilsvarende plott for $D_{[3,2]}$ eller D_{10} .

Figur 5-15 viser støvenes $(dP/dt)_{maks}$ plottet mot spesifikt overflateareal til støvene, også funnet i Malvern-analysen. Plottet viser en stigende tendens for $(dP/dt)_{maks}$ med stigende spesifikt overflateareal, som beskrevet av Eckhoff(2003). Der Eckhoff (2003) beskrev en lineær trend viser eksperimentene utført ved IFT, UiB en logaritmisk trend.



Figur 5-15 Maksimum trykkstigningshastighet, $(dP/dt)_{maks}$, plottet mot partikkelstørrelsesfordelingens parameter SSA, for stoff H, B, og disses blandinger og stoff G

Ved å legge til tilgjengelig data som i Figur 5-16 er et annengradspolynom for trenden bedre. Flere datapunkter kreves for å kunne dra konklusjoner. At det skulle være en korrelasjon mot spesifikt overflateareal er logisk da forbrenning skjer på overflaten av partiklene.



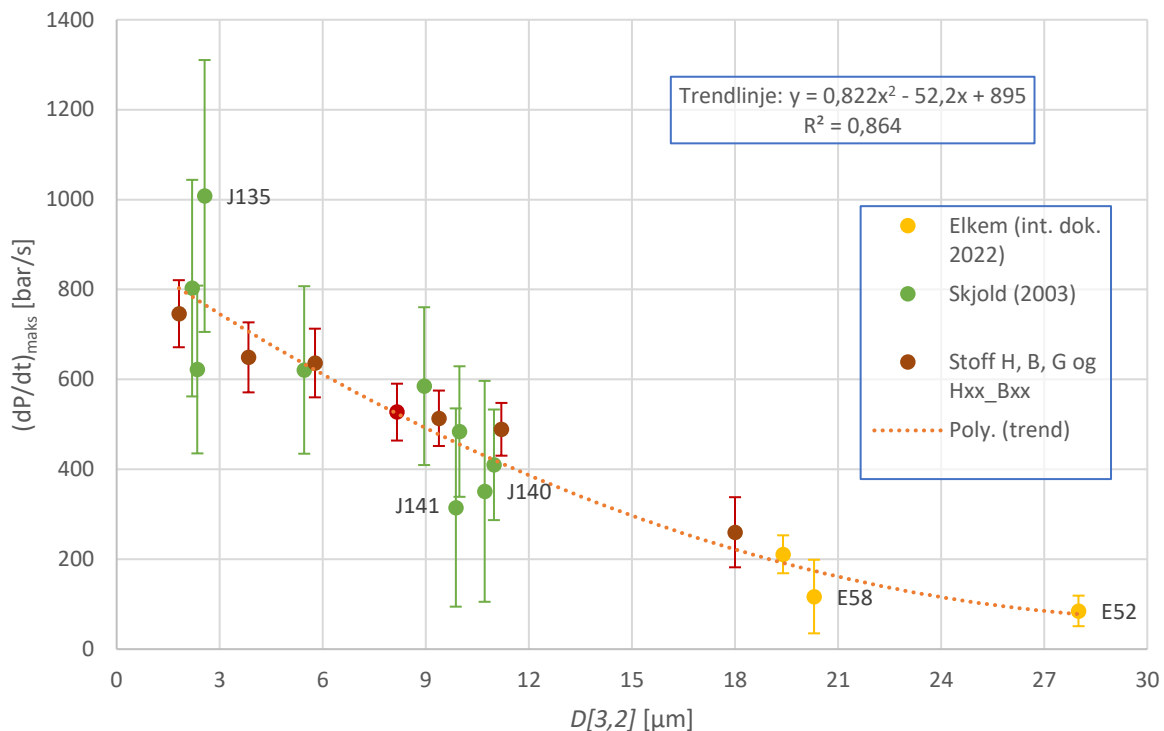
Figur 5-16 Maksimum trykkstigningshastighet, $(dP/dt)_{maks}$, plottet mot partikkelstørrelsesfordelingens parameter D_{90} for stoff H, B, blandinger fra disse, stoff G og tilgjengelig data fra Skjold (2003) og Elkem (internt dokument, 2022)

Resultatene for $D[3,2]$ vurdert mot tilgjengelige datasett.

Det er begrenset mengde med tilgjengelige eksperimentdata hvor også $D[3,2]$ er oppgitt. Det eneste som har vært å oppdrive er Skjolds (2003) masteroppgave og Elkems data (Elkem, internt dokument, 2022), hvor Elkem har tre datapunkter der parameteren $D[3,2]$ er oppgitt. Figur 5-17 viser disse plottet sammen med denne oppgavens resultater.

Den gir en trendlinje som sammenfaller med trendlinjen for resultatene utført i denne oppgaven (Figur 5-10). En lineær trend vil krysse 0 før ytterpunktet, E52. E52 eksisterer så da er det bedre å bruke et annengradspolynom.

Annengradspolynomet som dannes i denne figuren vil aldri krysse 0, noe som er problematisk da et støv før eller siden ikke er antennbart. Videre bearbeiding må til.



Figur 5-17 Maksimum trykkstigningshastighet, $(dP/dt)_{maks}$, plottet mot partikkelstørrelsesfordelingens parameter $D[3,2]$, for stoff H, B, blandinger fra disse, stoff G samt J133 til 141 (Skjold, 2003) og tre resultater, E52, E58 og E59 (Elkem, internt dokument, 2022)

Skjolds (og Elkems) resultater er strengt tatt ikke et P_{maks} - eller $(dP/dt)_{maks}$ -resultat, men de plottes som det, bare med høyere usikkerhet. Det kommer av at Skjolds utførte sine eksperimenter med kjemiske tenner bare ved $c = 500 \text{ g m}^{-3}$, en konsentrasjon som ikke ga $(dP/dt)_{maks}$ for støvene i denne oppgaven. Det var heller ingen repetisjoner. For støvene J133, 135 og 136 testet han over bred rekke konsentrasjoner med elektrisk lysbue som tenner, som vist i Figur 2-13. Der fant han gjennomsnittstopppunkt mellom $c = 500$ og 750 g m^{-3} for støvene J135 og J133 og et flatt og avrundet toppunkt ved $c = 1500 \text{ g m}^{-3}$ for J136.

Skjolds data antyder at for hans støv er ikke $(dP/dt)_{maks}$ ved $c = 500 \text{ g m}^{-3}$. Forsøkene er tatt ved $c = 500 \text{ g m}^{-3}$. For å kompensere for dette må usikkerheten settes høyere. Usikkerheten settes derfor til 30 %. Men, er 30 % nok for støvene med lavest $(dP/dt)_m$?

For å finne ut av det kan man se på eksperimentene utført i denne oppgaven ved $c = 500 \text{ g m}^{-3}$ og deres $(dP/dt)_{maks}$ -punkt. De to laveste $(dP/dt)_{maks}$ -verdiene i serien fra Skjold tilhører J140 og J141. Deres $D[3,2]$ -verdier ligger imellom verdiene til B100 og H05_B95. Derfor er det nyttig å studere B100 og H05_B95 litt nærmere, se Tabell 5-2 for disses aktuelle verdier.

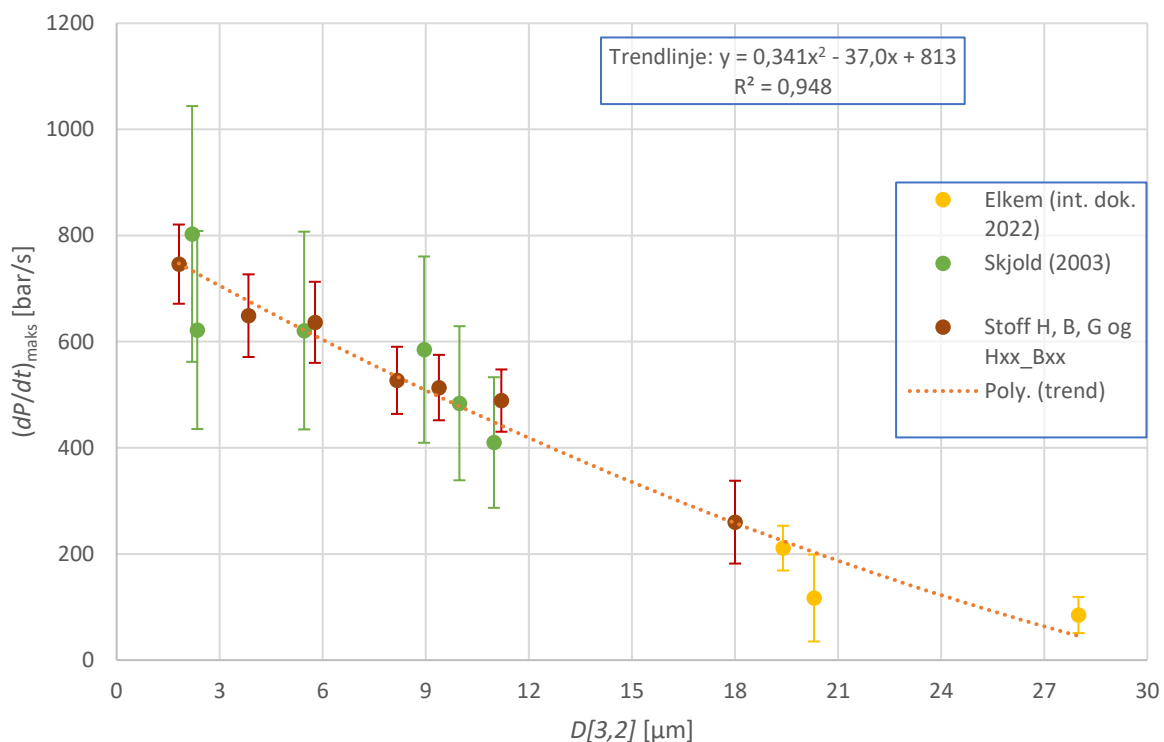
Tabell 5-2 Utvalgte verdier for B100, H05_B95 og G100 for å belyse usikkerhet for de eksterne punktene J140, J141 og E58

Stoff	Konsentrasjon c [g m^{-3}]	$(dP/dt)_m$ [bar s^{-1}]	$(dP/dt)_{maks}$ [bar s^{-1}]	Konsentrasjon c [g m^{-3}]
B100	500	268 ± 40	489 ± 59	2000
H05_B95	500	342 ± 51	514 ± 62	750
G100	1000	116	260 ± 78	2250

Fra resultatene til B100 og H05_B95 ser man at $(dP/dt)_{maks}$ er betydelig høyere enn kun en 30 % økning fra $(dP/dt)_m$ ved $c = 500 \text{ g m}^{-3}$. Skulle disse støvene i Skjolds masteroppgave følge tendensen til resultatene oppnådd i denne masteroppgaven, må usikkerheten økes for J140 og J141. Usikkerheten er derfor justert opp til 70 % for disse støvene. En tilsvarende sammenlikning mellom E58 som er undersøkt kun ved $c = 1000 \text{ g m}^{-3}$, og G100 viser at usikkerheten til dette støvet også må justeres opp. Usikkerheten settes her også til 70 %.

Trendlinjen er et annengradspolynom for å bedre ta hensyn til ytterpunktet (E52) da en lineær trend vil $(dP/dt)_{maks}$ treffe 0 før E52.

Siden feillinjene til J141, 140 og J135 berører trendlinjen så er det interessant å se hvordan trendlinjen blir hvis disse tre punktene fjernes fra plottet. Se Figur 5-18. Trendlinjen er fortsatt i samsvar med forsøkene funnet ved UiB. Trendlinjen blir ikke så avrundet som i forrige plott og krysser nå 0 rundt $D[3,2] = 30 \text{ }\mu\text{m}$.

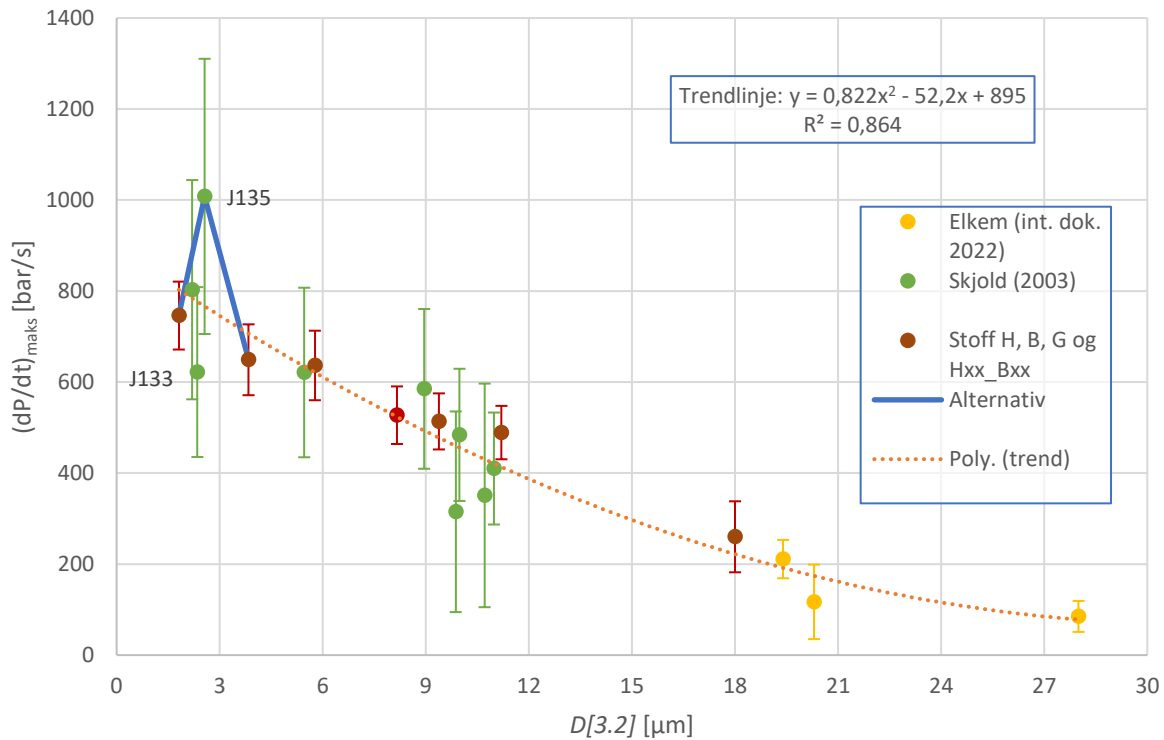


Figur 5-18 Maksimum trykkstigningshastighet, $(dP/dt)_{maks}$, plottet mot partikkelstørrelsesfordelingens parameter $D[3,2]$, for stoff H, B, blandinger fra disse, stoff G samt dataene fra Skjold (2003) og Elkem (internt dokument, 2022) med tre punkter av Skjolds data utelatt.

Ved å ekstrapolere grafen krysser den $(dP/dt)_{maks} = 0$ rundt $D[3,2] = 30 \text{ }\mu\text{m}$. Før den tid vil $(dP/dt)_{maks}$ hoppe ned fra f.eks. 30 bar s^{-1} til 0 da støvet ikke vil eksplodere. Det ville vært interessant å ha eksperimentelle data som bekreftet dette, men det er ikke tilgjengelig. At støv før eller siden ikke vil antenne grunnet for grove partikler allmenn kjent.

I grafen over ble J135-punktet fjernet. Et annen scenario er at J135 er et toppunkt. Se Figur 5-19. At grunnet f.eks. agglomerering vil partikler med lavere $D[3,2]$ -verdi ikke få like høy $(dP/dt)_{maks}$ -verdi og

kurven stiger til toppunktet til J135 μm , for så å falle ned mot annengradspolynomet ovenfor. Usikkerheten til punktet J133 gjør at dette scenarioet ikke kan utelukkes.



Figur 5-19 Alternativ tolkning av resultatene fra eksplosjonsverdien $(dP/dt)_{\text{maks}}$ mot $D[3,2]$ for stoff H, B og disses blandinger, stoff G og eksterne data (Skjold, 2003; Elkem, internt dokument, 2022).

Etter vektlegging av resultatene med lavest usikkerhet og ved å ta hensyn til det nye ytterpunktet fra Elkems data er annengradspolynomet fra Figur 5-18 å foretrekke :

$$y = 0,341x^2 - 37,0x + 813$$

Som innebærer:

$$\left(\frac{dP}{dt}\right)_{\text{maks}} \left[\frac{\text{bar}}{\text{s}}\right] = 813 - 37,0 D[3,2] + 0,341 D[3,2]^2 \quad (5.3)$$

Usikkerheten er ikke beregnet.

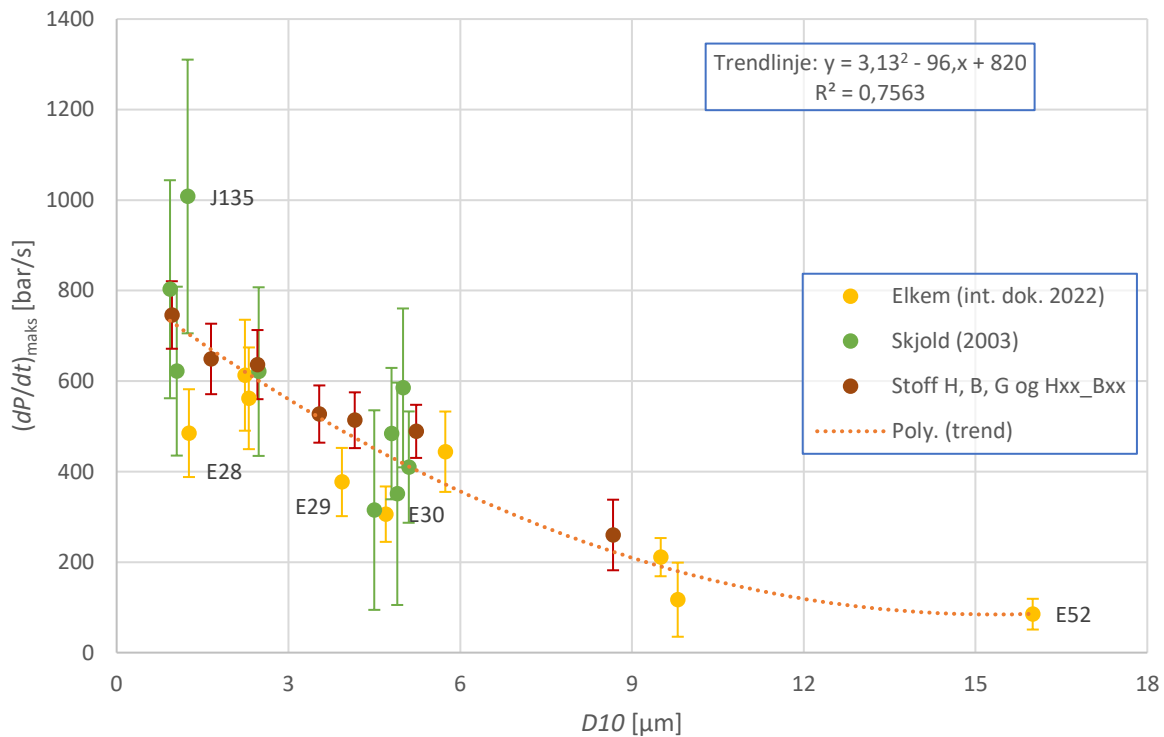
Resultatene for D10 vurdert mot tilgjengelige datasett.

For $D10$ er det ytterligere seks datapunkter tilgjengelig fra Elkem (internt dokument, 2022). Figur 5-20 viser maksimum trykkstigningshastighet mot $D10$ for alle tilgjengelige resultater. Tendensen er nedadgående slik som vist for $D[3,2]$ -plottet, men her er variasjonen større i $(dP/dt)_{\text{maks}}$ ved aktuell $D10$ -verdi. Ved $D10 \approx 1,5 \mu\text{m}$ er laveste $(dP/dt)_{\text{maks}, E28} = 485 \pm 97 \text{ bar s}^{-1}$ og høyeste er $(dP/dt)_{\text{maks}, J135} = 1008 \pm 302 \text{ bar s}^{-1}$. Flere av disse nye punktene (E28, E29, E30) fra Elkem legger seg under trendlinjen, mens tre av dem legger seg på.

Plottet gir en korrelasjon mellom $D10$ og maksimum trykkstigningshastighet, $(dP/dt)_{\text{maks}}$. De nye dataene Den betydelige usikkerheten rundt Skjolds resultater gjør det igjen vanskelig å dra konklusjoner.

At trenden flater ut ved $D[10]_{E52} = 16 \mu\text{m}$ er ikke riktig. Trenden skal treffe null.

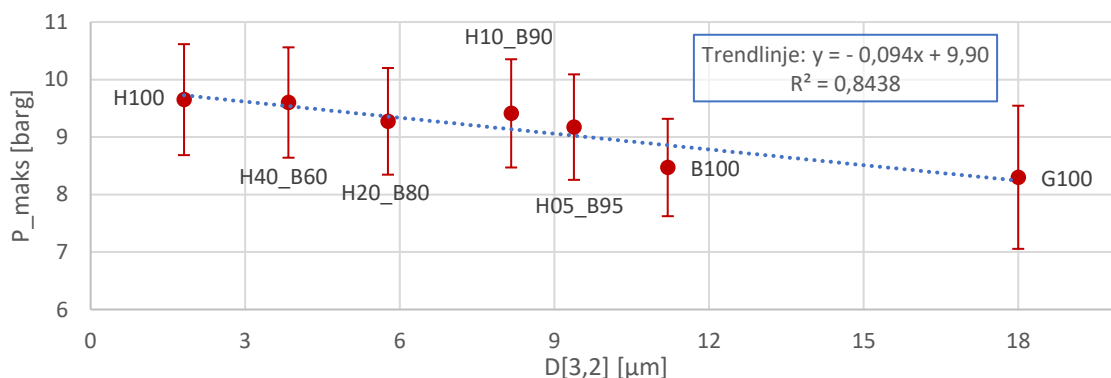
Maksimum trykkstigningshastighet, $(dP/dt)_{maks}$, korrelerer bedre med $D[3,2]$ enn med $D10$.



Figur 5-20 Maksimum trykkstigningshastighet, $(dP/dt)_{maks}$, plottet mot partikkelstørrelsesfordelingens parameter $D10$ for stoff H, B, blandingene av disse, stoff G, samt J133 til 141 (Skjold, 2003) og tilgjengelige resultater fra Elkem (internt dokument, 2022). Ved ytterpunktet E52 er trenden feil. Trenden skal treffe 0 når den ekstrapoleres.

5.2.2 Analyse av maksimumstrykk mot partikkelstørrelsesparametere

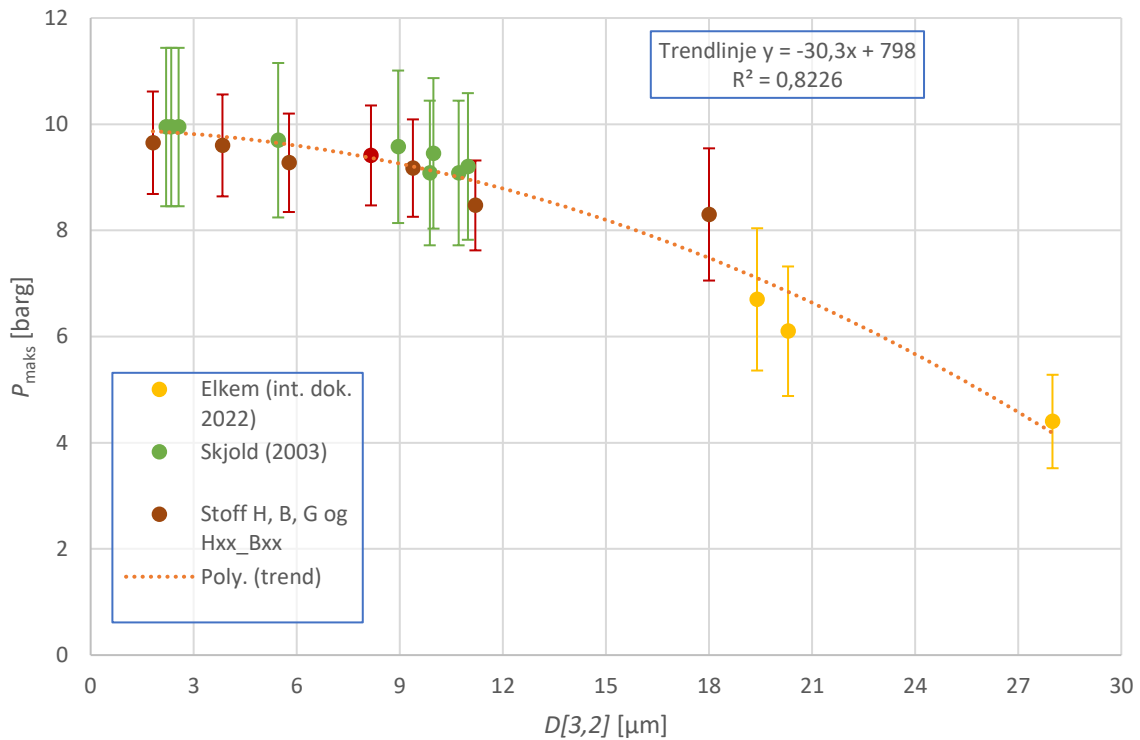
Figur 5-21 viser maksimumstrykket, P_{maks} , plottet mot overflatevektet gjennomsnitt, $D[3,2]$, for stoff H, B, disses blandinger og stoff G. En korrelering vises i form av en nesten lineær trend. Når dataene fra Skjold (2003) og Elkem (internt dokument, 2022) tas med blir tendensen et annengradspolynom, se Figur 5-22.



Figur 5-21 Maksimumstrykk, P_{maks} , plottet mot partikkelstørrelsesfordelingens parameter $D[3,2]$ for stoff H, B, blandingene av disse og stoff G, trunkert ved 6 barg

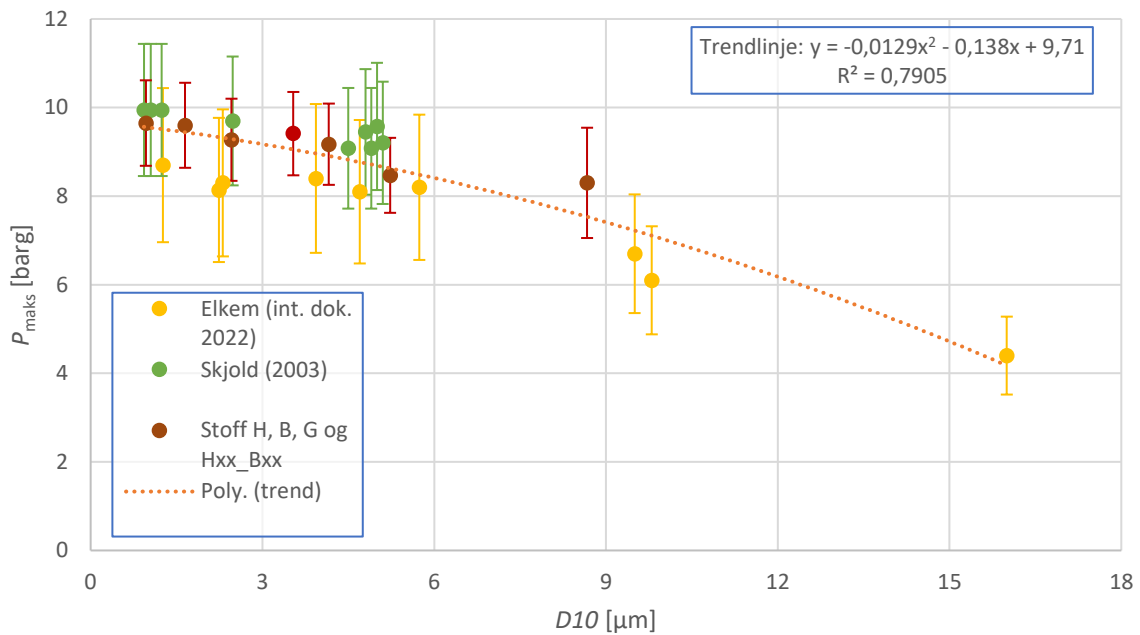
Som nevnt har $(dP/dt)_{maks}$ -verdiene for Skjolds resultater stor usikkerhet. Hvordan er det for P_{maks} ? For å få en pekepinn, kan man se på denne oppgavens resultater. De 18 skuddene fra seriene til H100, B100 og disses blandinger ved konsentrasjon $c = 500 \text{ g m}^{-3}$ har ingen resultater som avviker med mer

enn $\Delta P_m = 0,3$ barg fra serienes P_{maks} . Det er 3 %. P_{maks} har normalt 10 % usikkerhet. Usikkerheten til Skjolds resultater settes dermed til 15 %.



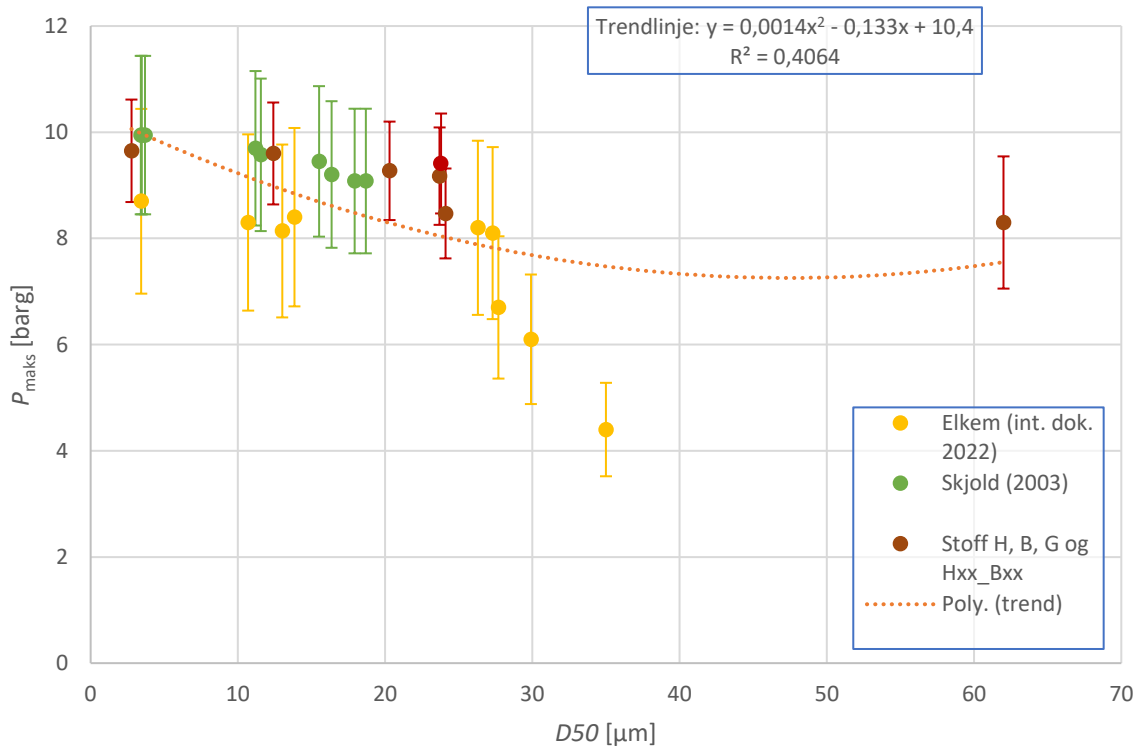
Figur 5-22 Maksimumstrykk, P_{maks} , plottet mot partikkelstørrelsesfordelingens parameter $D[3,2]$ for stoff H, B, blandingene av disse, stoff G, samt J133 til 141 (Skjold, 2003) og tilgjengelige resultater fra Elkem (internt dokument, 2022)

Som med $(dP/dt)_{maks}$ har Elkem flere datapunkter tilgjengelig for D_{10} -parameteren. Figur 5-23 viser maksimumstrykk, P_{maks} , for tilgjengelig data. De nye datapunktene fra Elkem ligger ved $D_{10} < 10 \mu\text{m}$ og P_{maks} ligger rundt 1 barg lavere enn de andre resultatene. En korrelasjon kan sees. Klyngen av punkter ved $D_{10} = 5 \mu\text{m}$ antyder at $D[3,2]$ gir bedre korrelasjon.



Figur 5-23 Maksimumstrykk, P_{maks} , plottet mot partikkelstørrelsesfordelingens parameter $D10$ for stoff H, B, blandingene av disse, stoff G, samt J133 til 141 (Skjold, 2003) og tilgjengelige resultater fra Elkem (internt dokument, 2022)

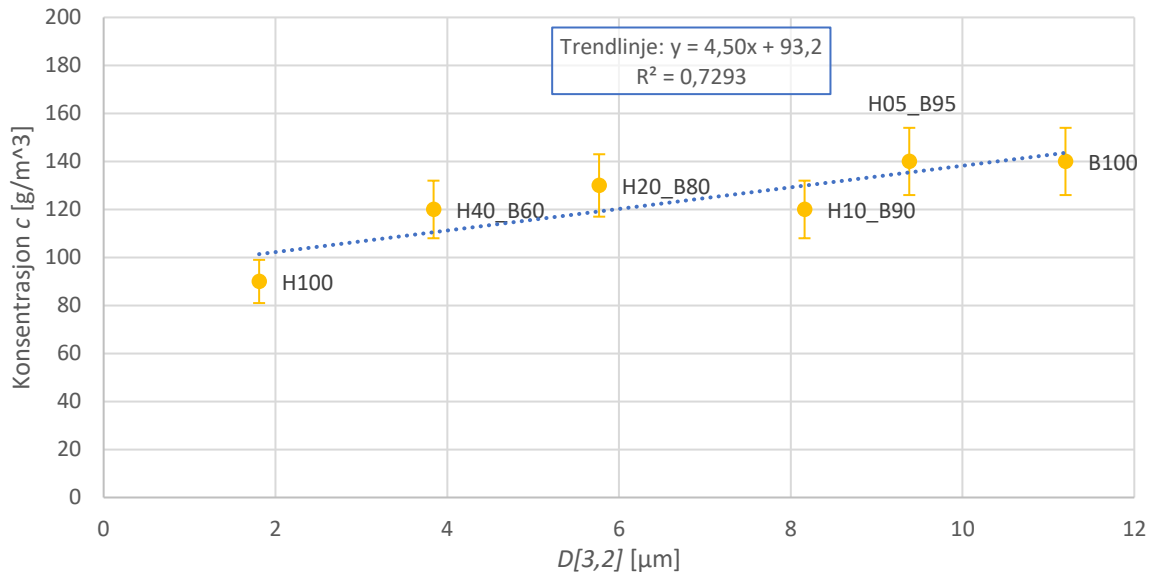
Figur 5-24 viser at det samme mønsteret når P_{maks} plottes mot $D50$ som da $(dP/dt)_{maks}$ ble plottet mot $D50$. Det er en tendens i plottet, men punktet ved $D50 = 62 \pm 6,2 \mu\text{m}$ ødelegger for korrelasjon. Det kan være at $D50$ er en variabel som spiller inn, men variabelen alene kan ikke brukes til å fortelle P_{maks} . Trendlinjen er bare inkludert for å vise at det ikke er trend. Trenden skal ikke øke ved økende $D50$.



Figur 5-24 Maksimum trykkstigningshastighet, $(dP/dt)_{maks}$, plottet mot partikkelstørrelsesfordelingens parameter $D50$ for stoff H, B, blandingene av disse, stoff G, samt J133 til 141 (Skjold, 2003) og tilgjengelige resultater fra Elkem (internt dokument, 2022). Punktet ved $D50 = 62 \mu\text{m}$ gjør at det ikke er korrelasjon.

5.2.3 Partikkelstørrelsesavhengighet for nedre eksplosjonsgrense (LEL)

Figur 5-25 viser plott av nedre eksplosjonsgrense, LEL , mot overflatevektet gjennomsnitt, $D[3,2]$, for partiklene for referansestøvene og støvblandingene. Da $LEL_{G100} = 620 \pm 62 \text{ g m}^{-3}$ ved $D[3,2] = 18 \mu\text{m}$ så er den utelatt. Dataene viser korrelasjon når $D[3,2] < 11 \mu\text{m}$. Det var ikke eksterne data tilgjengelig.

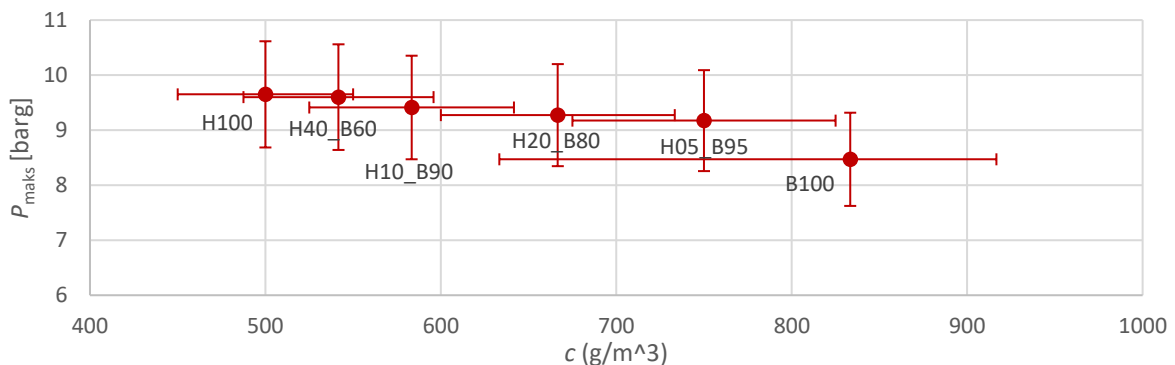


Figur 5-25 Plot som viser nedre eksplosjonsgrense (LEL) mot $D[3,2]$ for referansestøvene B og H og blandingene av disse.

5.2.4 Blandingenes maksimumspunkter, $(dP/dt)_{\text{maks}}$ og P_{maks} mot konsentrasjon

Figur 5-26 viser støvblandingenes og referansestøvenes beregnede maksimumstrykk, P_{maks} , hvor det antyder et mønster der P_{maks} -punktet faller med økende konsentrasjon fra H100 til B100. Alt dette er innenfor usikkerheten. Dette er til å forvente da P_{maks} forteller om energiinnholdet i støvet.

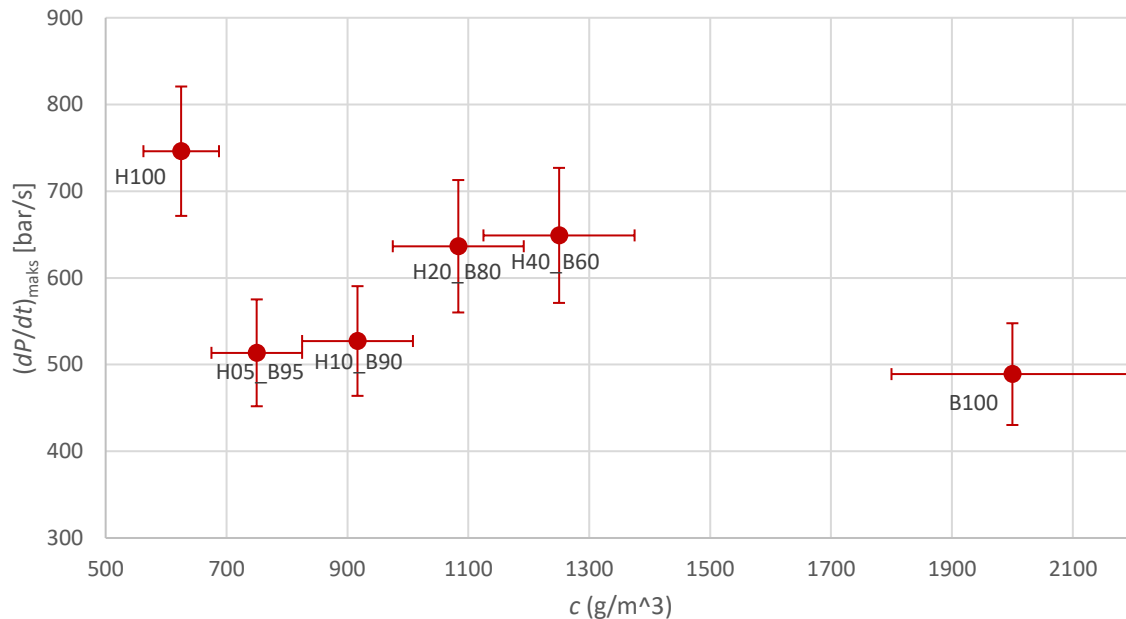
Figuren viser at H10_B90 har lavere konsentrasjon $c_{P_{\text{maks}}}$ enn H20_B80. H20_B80s tre series toppunkter oppsto ved $c = 500, 500$ og 1000 g m^{-3} , mens H10_B90s toppunkt oppsto ved $c = 500, 500$ og 750 g m^{-3} . Det er betydelig usikkerhet til konsentrasjonene.



Figur 5-26 Plott som viser referansestøvene og blandingenes maksimumstrykk, P_{maks} , og tilhørende konsentrasjon. Y-aksen er trunkert.

Figur 5-27 viser blandingenes og referansestøvenes beregnede maksimumspunkt for maksimum trykkstigningshastighet, $(dP/dt)_{\text{maks}}$, der referansestøvene har høyeste og laveste $(dP/dt)_{\text{maks}}$ og blandingene ligger imellom disse punktene. Konsentrasjonen for $(dP/dt)_{\text{maks}}$ -punktet øker med økende

H100-innhold. Bildet er mer nyansert med maksimum trykkstigningshastighet da det forteller om støvets reaktivitet.



Figur 5-27 Plott som viser blandingenes maksimum trykkstigningshastighet, $(dP/dt)_{\max}$, og tilhørende konsentrasjon. Y-aksen er trunkert.

5.2.5 Negative resultater.

Det er en hypotese om at eksplosjonsparameterne til et støv bestemmes av de minste partiklene, og at de større partiklene er av mindre betydning. Et forsøk på å undersøke denne hypotesen ble utført på følgende måte. Først defineres en partikkelstørrelsesgrense i partikkelstørrelsesfordelingen. Grensen er ved den partikkelstørrelsen der alt oksygen går med til å forbrenne alle partiklene med diameter opp til og med grensen. Partiklene med større diameter enn grensen får ikke oksygen. Denne grensepartikkelstørrelsen kan finnes ved å bruke støkiometrisk konsentrasjon i datasettet for kumulativt volum i partikkelstørrelsesfordelingen.

Det er to støkiometriske konsentrasjoner, en for silisiumdioksid og en for silisiummonoksid. Den støkiometriske konsentrasjonen for silisiumdioksid er funnet til å være $c = 241 \approx 250 \text{ g m}^{-3}$. Den for silisiummonoksid er $c = 482 \approx 500 \text{ g m}^{-3}$.

Formelen for grensepartikkelstørrelses posisjon i kumulativt volum i partikkelstørrelsesfordelingen er:

$$\% = \frac{c_{\text{støkiometrisk}}}{c_{\text{eksperiment}}} \quad (5.3)$$

For et eksperiment gjort ved $c = 375 \text{ g m}^{-3}$ og med støkiometrisk konsentrasjon $c = 250 \text{ g m}^{-3}$ vil denne partikkelstørrelsesgrensen være ved $\frac{250 \frac{\text{g}}{\text{m}^3}}{375 \frac{\text{g}}{\text{m}^3}} = 67 \%$ i kumulativt volum for aktuelt støvs partikkelstørrelsesfordeling. Det tilsvarer D_{67} -verdien i støvet. Det ble utført eksperiment for syv forskjellige støv over en rekke konsentrasjoner, fra 250 til 2250 g m^{-3} . For eksperimentdata ved konsentrasjonen $c = 500 \text{ g m}^{-3}$ må D_{50} avleses, ved $c = 750 \text{ g m}^{-3}$ må D_{33} avleses, ved $c = 1000 \text{ g m}^{-3}$ må D_{25} avleses, osv.

De aktuelle eksplosjonsdataene P_m og $(dP/dt)_m$ for konsentrasjonen ble så undersøkt mot aktuelt støvs grensepartikkelstørrelse ved aktuell konsentrasjon.

Ingen korrelasjon ble funnet mellom eksplosjonsparameterne og disse partikkelstørrelsesgrensene, verken for produktet SiO eller SiO₂.

5.2.6 Maksimumsverdier kontra gjennomsnittsverdien ved P_m og $(dP/dt)_m$

Innenfor sikkerhetsbransjen ønsker man å gi konservative verdier. Det betyr at man tar det verst tenkelige resultatet for hver parameter. I første øyekast kan det se ut som om standarden for testing i 20-liters kammer går på tvers av dette. Det er enkelt å tro at man tar snitt ved hver konsentrasjon, noe som innebærer at et høyt resultat ved f.eks. $c = 1000 \text{ g m}^{-3}$ nulles ut av et lavt resultat ved det samme. Det som skjer, er at man tar snittet av de høyeste resultatet i serien. Da nulles ikke toppunktet ut av lave resultater. Dermed dekkes det verst tenkelige scenarioet, selv med gjennomsnitt. H100 har høyest snittverdi ved konsentrasjon $c = 500$ med snitt $(dP/dt)_m = 709 \pm 106 \text{ bar s}^{-1}$. $(dP/dt)_{\text{maks}}$ ble bestemt til å være $746 \pm 111 \text{ bar s}^{-1}$. Det utgjør en forskjell på 5 %.

Man kan argumentere for at tre repetisjoner ikke er nok, slik som vist under repetisjonene på H100 i denne oppgaven. Her ble den høyeste verdien for maksimum trykkstigningshastighet funnet, $(dP/dt)_m$, funnet i den 13. repetisjonen for H100 ved $c = 500 \text{ g m}^{-3}$ med resultatet $(dP/dt)_m = 887 \text{ bar s}^{-1}$, som beskrevet i Tabell 4-2.

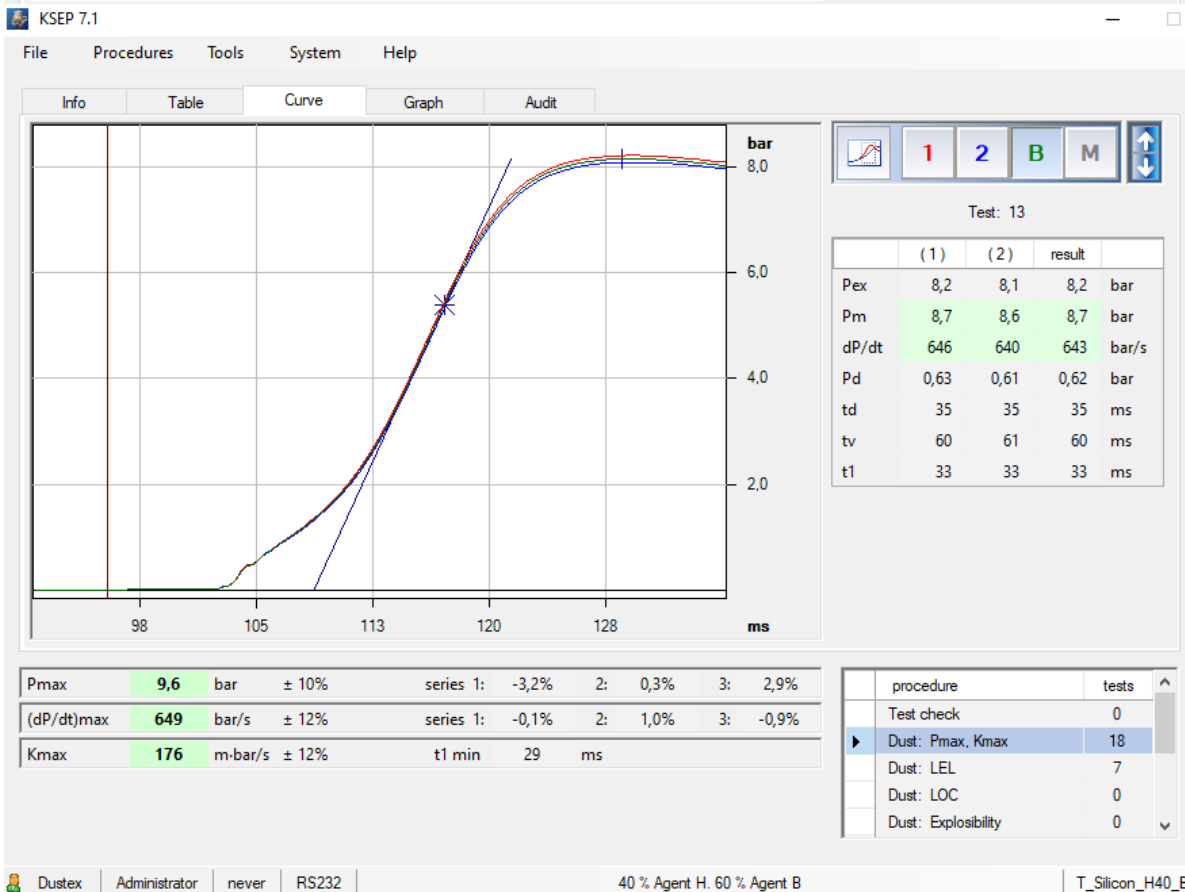
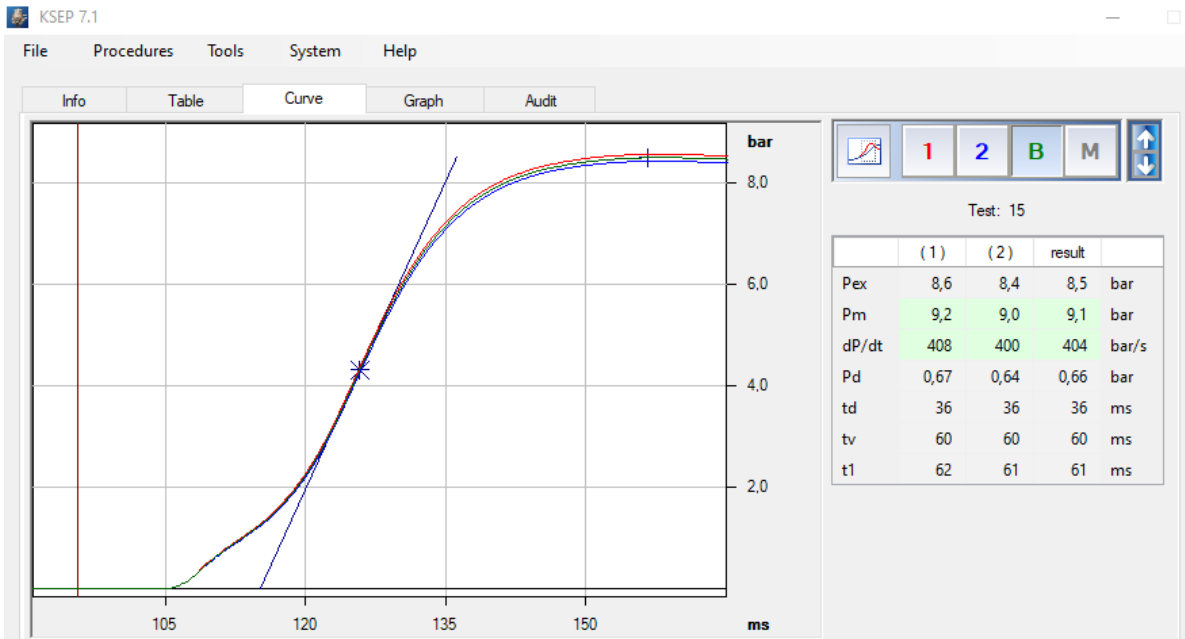
$(dP/dt)_m = 887 \text{ bar s}^{-1}$ utgjør en økning på 24,8 % av gjennomsnittet på $(dP/dt)_m = 709 \pm 107 \text{ bar s}^{-1}$ og er 18,9 % over H100s maksimums trykkstigningsverdi på 746 bar s^{-1} . Hadde dette resultatet blitt oppnådd i testen ville testserienes toppunkter vært utenfor 10 % marginen og testen ville vært erklært ugyldig med den følge at nye tester måtte blitt gjennomført. Siden det var utført tre fulle serier der toppunktene sammenfaller innenfor 10 %, ble dette punktet valgt å sees vekk fra.

5.2.7 Trykk-tid-kurvene

Alle trykk-tid-kurvene ble inspisert etter avvik der målt trykk varierer veldig opp og ned. Det ville gitt utslag i grafen i form av en hakkete hakket trykk-tid-kurve. Slikt ville vært et tegn på at flammen ikke opprettholdes og kjøles ned. Ingen slike tegn ble observert under bestemmelse av $(dP/dt)_m$ og P_m .

Enkelte typiske trekk ble også undersøkt, som vendepunktet på grafen. Figur 5-28 viser to plott for H40_B60 der vendepunktet på kurven er høyt på grafen ved $c = 1250 \text{ g m}^{-3}$ og relativt lavt på grafen ved $c = 375 \text{ g m}^{-3}$. De aller fleste grafene har vendepunktet imellom disse to. En mulig årsak til at vendepunktet er lavt på grafen kan være at flammen raskt treffer kammerveggen og kjøles ned. Og når den er høyt så brenner støvet i sentrum av kammeret før den når veggen for så å kjøles ned. Kurven vil da bli brattere og brattere mens mer støv og mer forbrenner helt til oksygen er brukt opp eller deler av flammen treffer veggen.

Hadde ikke kammerveggen kjølt ned flammen ville trykket akselerert videre helt alt oksygenet var oppbrukt, og vendepunktet ville vært helt oppe ved P_m som ikke ville vært avrundet.



Figur 5-28 To plott fra KSEP 7.1 som viser B40_H60 med konsentrasjon $c = 375$ (øverst) og 1250 g m^{-3} (nederst). Den øvre kurven viser vendepunktet lavt på kurven, noe som antyder at flammen tidlig traff veggen og kjølte ned. $c = 1250 \text{ g m}^{-3}$ viser en lavere P_m , men har høyere $(dP/dt)_m$ der vendepunktet er høyere på kurven.

5.3 Malvern

5.3.1 Utfordring med Malvern

For å finne partikkelstørrelsesfordelingene ble Malvernen ved UiB benyttet. Denne er væskebasert der det faste stoffet blandes i vann. Det er en forutsetning at det faste stoffet ikke reagerer med væsken, noe silisium kan gjøre. Den fine prøven B100 ga et akseptabelt resultat, dog noe høyere enn leverandørens verdi, men den grovere prøven G100 ga en D_{50} -verdi langt høyere. Skulle G100 benyttes måtte den siktes ned, noe som innebar mye manuell jobb, og det var praktisk umulig da støvmengden mottatt var omtrent 1 liter, langt under tilstrekkelig mengde. Et ytterligere støv til B100 behøvdes, så støvene fra Skjolds masteroppgave (Skjold, 2003) ble vurdert. Dokumentasjonen på partikkelfordelingene eksisterer fortsatt, så en rekke av disse støvene ble testet på nytt i Malvernen. Resultatene sammenfalt godt med den gamle dokumentasjonen, men det hadde i tillegg kommet en ny topp på 100 μm . Var dette et artefakt i dataene, hadde støvene agglomerert etter 20 år på hyllen eller var det noe helt annet? Fremfor å feilsøke på et gammelt støv som trolig hadde oksidert, ble det funnet et nytt støv, stoff H (H100).

Igjen viste Malvern-analysen et toppunkt på 100 μm , en umulighet da H100 var siktet ned til 8 μm . Ingeniøren som er ekspert på utstyret fortalte at en kjent feil er luftbobler som blander seg med i prøven når den analyseres i vannbadet. Dette viser seg typisk ved en topp ved 100 μm og metoden for å bekjempe luftboblene er å tilføre ultralyd for å bryte boblene ned. Dermed ble H100-testen utført på nytt med ultralyd i 5, 10 og 30 minutter med den innebygde ultralydfunksjonen i Malvern. Resultatene fra 5 minutter viste svakt enda flere partikler ved 100 μm . 10 og 30 minutter ga i tillegg en ny topp ved 1000 μm . Å tilføre mer energi til systemet ved å bruke ultralyd ga tilsynelatende mer grove partikler.

Fremfor å feilsøke Malvernen i Bergen ytterligere, var Elkem så vennlige at de utførte testene på sin Malvern, hvor isopropanol benyttes som væske. Resultatene var nå som forventet og ingen uventede topper fantes.

5.3.2 Mulig forklaring på utfordringen

Malvernen ved UiB var ikke i stand til å gi gode resultater på disse støvene. Hva kan være forklaringen?

En mulig forklaring er at væsken kjemisk reagerer med partiklene og vi får gass. At antakelsen om at det dannes et tynt lag med beskyttende silisiumoksid på utsiden av de små partiklene ikke stemmer, eller at vannet bryter gjennom denne beskyttende barrieren. Den nye toppen på 1000 μm kan være at små bobler samler seg til større bobler, og boblene på 100 μm og 1000 μm var de mest stabile og at tilført energi i form av ultralyd fungerte som en katalysator på den kjemiske reaksjonen.



En annen forklaring kan være at det var en prosedyre- eller operatørfeil. F.eks. at testene ble utført med feil innstillinger i programvaren for gjeldende partikler. Dette er meget mulig da operatøren var uerfaren med utstyret. Det ble heller ikke brukt destillert vann, men vann fra springen. Helst skal man benytte ionebyttet eller destillert vann og med kontrollert ledningsevne. Dette var ikke tilgjengelig, kun springvann. En mulig brukerfeil her er at vannet fra springen dro med seg luftbobler til vannbøtten vannet mellomlagres. Prosedyren sier at tønne skal fylles med springvann dagen i forveien. Det var ikke alltid gjort. Siden feilen oppsto uavhengig av dette da andre prøver var fine, så dette er lite trolig feilkilden. Siden Malvern ønsker destillert vann og det ble brukt springvann så kan det være at små urenheter i vannet kjemisk reagerte med silisium og dannet en gass.

Det som taler imot prosedyrefeil, er at en erfaren ekspert ga god opplæring og hadde gode skrevne prosedyrer som nøyaktig og punkt for punkt ble fulgt. At B100 kom ut med godt resultat taler også imot at det er brukerfeil.

Nanopartikler av silisium brukes for å lage hydrogengass fra vann (Kobayashi et al., 2017). Selve prosessen er pH-avhengig, men den nedre grensen er ved $\text{pH} = 7,0$. At silisiumpartikler fra størrelsen $0,10 \mu\text{m}$ også reagerer er dermed ikke usannsynlig. Konklusjonen blir at vannet reagerte med silisium og dannet hydrogengass.

5.4 Usikkerhet

Som med alle eksperimenter og modeller så lager vi egentlig en forenkling av en virkelighet som er uendelig komplisert. Som kjent fra grunnleggende instrumentering er virkeligheten umulig å fastslå. Vi kan bare lage modeller om hvordan vi tror virkeligheten er, og vi anslår den med grad av usikkerhet og konfidensiellintervall. F.eks. en snekker som måler en planke bruker et målebånd med typisk usikkerhet $\pm 1 \text{ mm}$ og et ikke-uttrykt konfidensiellintervall. Det holder for hans bruk. Snekkeren har få variabler å forholde seg til og det er ganske enkelt å beregne total usikkerhet.

Når det kommer til støvekspløsjoner så er variablene svært mange og tidvis ganske store. Det blir svært vanskelig å beregne usikkerheten. Standarden for eksperimentene innebærer å blåse støvet gjennom rør, ventiler og inn i et kammer gjennom en dyse. Støvet som består av partikler av varierende størrelse danner en turbulent sky som alltid vil være noe ulik. Denne varierende skyen antennes så med to flammer fra to 5 kJ kjemiske tennere. Å matematisk beregne usikkerhet i denne prosessen er en særdeles komplisert oppgave som anses som nærmest umulig.

Nedenfor er noen betraktninger rundt usikkerhet i masteroppgaven.

5.4.1 Én operatør

I masteroppgaven har samme metode blitt brukt gjennom alle forsøksserien, og det har vært én operatør. Forsøkene er dermed ikke gjort 100 % uavhengige av hverandre. En ev. feil eller misforståelse i prosedyrene vil reproduseres gjennom alle datasettene. Denne usikkerheten anses som liten da god opplæring på systemet ble gitt, men usikkerheten ligger der.

5.4.2 Oppveiing på vekt

Metoden ved å mikse støvblandingene ble gjort ved at Stoff H og Stoff B ble veid opp på samme vekt uten nullstilling av vekt i mellomtiden. Usikkerheten her kan beregnes matematisk, men $\pm 0,01 \text{ g}$ på 10-20 g er ubetydelig sammenliknet med andre faktorer som støv som ikke blåses inn og turbulens. Ved magre konsentrasjoner, der *LEL* utforskes kan denne usikkerheten kanskje ha en betydning, men igjen den anses som ubetydelig sammenliknet med alle de andre faktorene.

5.4.3 Sammenblandingen av de nye støvprøvene

De nye blandingsene H05_B95 til H40_B60 ble mikset i plastbegeret med en spatel forut hvert skudd. Etter oppveiingen på plastbegeret er den nye prøven sortert og segregert. I henhold til prosedyren beskrevet i kapittel 2.3.3, burde den nye blandingen nå overføres til en beholder som rulles i 20 sekunder for å sikre jevn partikkelfordeling. I stedet ble prøven mikset med en spatel og deretter forflyttet til reservoaret på plastbegeret. Det ble antatt at en viss form for ny miksing og/eller sortering foregår straks reservoaret trykkutliknes mot kammeret der støvet så passerer bend, ventiler og refleksjonsdyse og danner en turbulent sky som så antennes av 10 kJ energi av kjemiske tennere, og at perfekt miksing derfor ikke var nødvendig. Denne antakelsen kan være feil, men det er umulig å måle gitt eksplosjonskammerets design.

Følgende vurderinger ble gjort. Ved å bruke det bendbare plastbegeret så minsker man risikoen for svinn på veien fra vekten og til reservoaret. Som et motargument så kan man si at man plasserer beholderen direkte på vekten og veier opp. Utfordringen med å ekstrahere støvet fra beholderen og over i reservoaret vil fortsatt være der. Det bendbare plastbegeret kan bare tippes rundt. En flaske eller beholder har ikke den muligheten. Ved lave konsentrasjoner som 125 g m^{-3} jobber man bare med 2,5 g og overflaten på innsiden av beholderen kan tiltrekke seg støvpartikler gjennom van der Waals-krefter og slik endre partikkelstørrelsesfordelingen og/eller massen i prøven. Arealet på plastbegeret alene er mye mindre enn i en flaske.

En annen løsning var å lage større mengder med blandinger, på la oss si et par kilo, og deretter splitte denne opp i mindre porsjoner til aktuelt eksperiment. Fordelen her er at man kan eliminere sorteringen på plastbegeret. Ulempen er at man må bearbeide stoffet flere ganger og slik øker sannsynligheten for feil. Blander man opp mye, så har man låst støvmengden til den blandingen og risikoen for å gå tom for referankestøv øker. En annen ulempe er at det nå er korrelasjon, gjorde man feil ved første innveining, så er det feil på alle prøvene.

Støvets posisjon i reservoaret

Støvet overføres som nevnt til reservoaret med et plastbeger som tømmes. Støvet blir da liggende i et tynt lag og det bankes på utsiden av reservoaret for å vibrere støvet lenger ned mot ventilen, før det så blåses inn med 20 barg. En børste til å skyve ned ble vurdert benyttet, men det ble vurdert at støvet kunne feste seg til børsten og konsentrasjonen ved små konsentrasjoner kunne endre seg. Dette kan bety at innblåsing ikke skjer øyeblikkelig, men over noe tid mens de 20 barg trykkutliknes.

5.4.4 Plastbegerets overflateegenskaper

Stoff B la igjen et tynt, tynt lag på plastbegerets overflate. Plastbegrene ble gjenbrukt så effekten ble dermed dempet. Etter mange gjentakelser (>10) av forsøk ble det like fullt dannet et svart lag som kunne skrapes av med en spatel. Laget utgjorde 0,01 – 0,02 g, men antas å være ubetydelig for både konsentrasjon og sammensetning. Denne effekten kan bidra til at til at målt vekt er for høy. Det kan også skje at reell vekt er høyere da noen partikler kunne løsne fra laget på plastbegeret. For å kontrollere dette ble tømt beger alltid satt tilbake på vekten og slik kontrollveid. Dette fenomenet ble hovedsakelig observert med Stoff B. Når Stoff H var blandet i, festet det seg mindre støv til begeret.

5.4.5 Høy tetthet og vanskeligheter med å blåse inn alt støvet

Støvet har høy tetthet og veier derfor mye. Ved større konsentrasjoner ble ikke alt støv blåst inn og støvraster ble gjenværende i rør og reservoar. Det betyr at konsentrasjonen er reelt lavere enn vist i resultatene. På høye konsentrasjoner på B100, 40 g oppveid = 2000 g m^{-3} , ble det observert en betydelig støvmengde som var igjen i reservoaret og i rørene fra reservoar til kammer. Det ble på nytt tilført 20 barg overtrykk og blåst inn, og med hjelp av en pensel, var det mulig å få ekstrahert og veid opp 4,65 g støv. Det betyr at støvet som måles til $c = 2000 \text{ g m}^{-3}$ i realiteten er under 1800 g m^{-3} , altså over 10 % lavere. Ved konsentrasjoner på $c = 250$ til 1000 g m^{-3} , hvor brorparten av eksperimentene ble utført, ble ikke dette fenomenet observert.

5.4.6 Representativ prøvetaking og ny segregering

Støvet kom levert i bøtter og måtte deles opp i mindre prøver og blandes. Selv om metoden for representativ prøvetaking ble utført med rulling av bøtten i henhold til manualen (Malvern Instruments, 2007) så endte man til slutt opp med en spade-prøvetaking fra toppen.

Vibrasjoner i bøtten som var laget av plast kan forekomme fra generell håndtering, som å ta av og sette på lokk, og slik vibrere de finere partiklene ned til bunnen av bøtten, og dermed skape ny segregering.

Støvlaboratoriet befinner seg ved siden av heisrommet og ristinger fra heis kan også tenkes å forekomme. Det anses som lite sannsynlig at slik ny segregering skjedde, men kan ikke utelukkes.

5.4.7 Analysene til Malvern

Silisium størkner i diamantstruktur som gir skarpkantede og korn som er til dels langstrakte og i flak. Malvern analyserer partiklene ved hjelp av laser som måler obstruksjon av lys. Partikkelen passerer laseren og hvilken flate som passerer er av stor betydning for måleresultatet. Treffer den perfekt med den flate siden så vil diameteren bli større enn når den treffer perfekt med kortsiden. Det vil alltid være en iboende usikkerhet til Malvern-resultatene.

5.4.8 Temperatur

Kammeret har ikke temperaturkontroll og noen få forsøk ble tatt på sommerstid da romtemperaturen var over 25 grader. Fra ideell gasslov betyr det at det er mindre oksygen til stede og trykket vil bli lavere. Romtemperaturen var generelt 20-22 grader, men avvik opp og ned fantes. Ved for lav temperatur i kammeret vil man få for høye verdier, grunnet mer oksygen. Det ble ikke observert uventede resultater.

En måte å fjerne denne systematiske feilkilden på er å gjøre eksperimentene i tilfeldig rekkefølge i henhold til flervariabel analyse og slik få den eventuelle feilkilden spredt statistisk over flere serier og en systematisk feil er umulig. Dette ville vært å gå vekk fra den industrielle standarden, og programvaren er ikke designet for dette. Repetisjoner av serier ble spredt over flere dager av praktiske årsaker.

5.4.9 Overtrykk

Hvert forsøk har forskjellig overtrykk, alt fra 19,7 barg til 21,4 barg, hvor alt fra 0,6 barg til 1,4 barg overtrykk var igjen i reservoaret. KSEP-programvaren opererer med trykk i eksplosjonskammeret fra -0,55 barg til -0,65 barg, og da trykket ble konstant pumpet ned til -0,60 barg med nøyaktighet på 2 til 4 desimaler antas at dette tas hensyn til.

5.4.10 Lekkasje i systemet

Underveis oppsto det små lekkasjer i systemet, hovedsakelig utslitt eksosventil grunnet den høye temperaturen til forbrenningen av silisium. Lekkasjen var liten og anses som ubetydelig. Eksosventilen ble til slutt skiftet. G100-prøven opplevde mer lekkasjer mot slutten av serien da o-ringen mot reservoaret ble erodert. Denne o-ringen ble skiftet.

5.4.11 Standardavvik

Antakelsen om at standardavviket for støvet H100 på konsentrasjonen $c = 500 \text{ g m}^{-3}$ er lik for alle blandinger og konsentrasjoner trenger ikke å være sann. Den kan være avhengig av flere variabler som f.eks. konsentrasjon, støvsammensetningen og dispersjonen fra skudd til skudd. Standardavviket på 15 % målt i denne oppgaven er høyere enn standardavviket fra Cesana & Siwek(2020) på denne trykkstigningshastigheten som er 12 %.

5.4.12 Skifte av sensor

Under feilsøkingen av feilmeldingene til kammeret ble det byttet én sensor. Det er uheldig å bytte sensorer i forsøksrekken. Det ble vurdert å sette tilbake den originale, men det ble funnet å være u hensiktsmessig da det innebar å justere mer med systemet og slik mulig skape nye feilkilder.

H40_B60 og 1/3 av H20_B80 ble skutt med én av to sensorer endret fra de resterende seriene. Det øker usikkerheten når disse resultatene sammenliknes med de andre resultatene. Den nye sensoren viste ingen uventede resultater.

5.4.13 Justeringen av datasett

Justeringen av datasett kan være feil. Det kan være at istedenfor å justere resultatene opp så skulle de vært justert ned eller justeringen var unødvendig. Siden sensoren ble skiftet ut i den utvidede feilsøkingen var det ikke mulig å kontrollere i etterkant.

5.4.14 Utstyrets knuseeffekt på partiklene

Erfaring har vist at støvpartikler av salter kan bli knust i mindre biter når 20 barg trykkdifferanse mellom reservoar og kammer utliknes, og støvet blåses gjennom rør, ventiler og dyser. Siden Malvernen på UiB ikke ga gode resultater på silisium var det logistisk ikke mulig å undersøke dette. Det antas at denne effekten ikke er til stede med silisiumstøv.

6 Utvikling av matematiske likninger for FLACS DustEx

Som nevnt i innledningskapittelet er det et mål å finne temperaturen til forbrenningsproduktene for å kunne bruke dette i Gexcons simuleringsverktøy FLACS-DustEx. Basert på Arntzens (privat dokument, 2022) private tekniske skriv har denne masteroppgaven sett på to formler som kan benyttes for å finne temperaturen, ideell gasslov og termodynamikkens lov om at energi hverken kan skapes eller mistes i et system. Det betyr at entalpi før reaksjonen må tilsvare entalpien etter reaksjonen. Man antar at volumet av støv er ubetydelig da tettheten er minst tusen ganger større enn luft.

Etter å ha studert skjemaet for entalpi (se Figur A-1) for reaktanten silisium og produktet silisiummonoksid er konklusjonen at frigjøring av entalpi ikke er tilstrekkelig for å at det kun er SiO som dannes. Det må også være SiO₂ for å få de observerte trykkene. Spørsmålet blir da hvor mye silisiummonoksid og silisiumdioksid som dannes.

6.1 Finne produkttemperaturen fra den ideelle gassloven

Ved å ta den ideelle gassloven, formel (2.10) og med enkel algebra sjonglere på variablene får man følgende:

$$n_{\text{luft}} = \frac{P V}{R T} \quad (6.1)$$

Henter den bearbeide formel (2.17) for konsentrasjon og finner et uttrykk for n_{Si} :

$$\begin{aligned} c_{\text{støv}} &= n_{\text{Si}} \frac{M_{\text{Si}}}{V} \\ n_{\text{Si}} &= \frac{c_{\text{støv}} V}{M_{\text{Si}}} \end{aligned} \quad (6.2)$$

Deler ideell gasslov på konsentrasjon, og setter inn verdier for variablene. Siden volumet til støvet også går inn i konsentrasjonen vil V gå mot hverandre. Initialverdiene er $T = 298 \text{ K}$, $P = 101300 \text{ Pa}$, $M_{\text{Si}} = 28,0855$, $R = 8,3145 \text{ JK}^{-1}\text{mol}^{-1}$.

$$\frac{n_{\text{luft}}}{n_{\text{Si}_0}} = \frac{\frac{P V}{R T}}{\frac{c_{\text{støv}} V}{M_{\text{Si}}}} = \frac{P M_{\text{Si}}}{c_{\text{støv}} R T} = \frac{1,013 \cdot 10^5 \cdot 28,0855}{8,3145 \cdot 293 \cdot c_{\text{støv}}} = \frac{1147}{c_{\text{støv}}} \quad (6.3)$$

For hver n_{Si_0} vi har så har vi korresponderende n_{N_2} og n_{O_2} . Dette er da forholdstall og $n_{\text{Si}_0} = 1$. Man antar at alt oksygen forbrenner.

Gitt at luft består av tilnærmet 79 % nitrogen og 21 % oksygen kan man benytte resultatet over til kan vi hente ut følgende verdier

$$n_{\text{N}_2} \approx 0,79 n_{\text{luft}} \approx 0,79 \cdot \frac{1147}{c_{\text{støv}}} \approx \frac{922}{c_{\text{støv}}} \quad (6.4)$$

$$n_{\text{O}_2} = 0,21 n_{\text{luft}} = 0,21 \cdot \frac{1147}{c_{\text{støv}}} = \frac{241}{c_{\text{støv}}} \quad (6.5)$$

$$n_{\text{O}} = 2 n_{\text{O}_2} = 2 \cdot \frac{241}{c_{\text{støv}}} = \frac{482}{c_{\text{støv}}} \quad (6.6)$$

Silisiumregnskap

Vi kan sette opp et silisiumregnskap. Slår sammen reaksjonslikningene i formel (2.7) og (2.8):



Fra reaksjonslikningen kan man så sette opp silisiumregnskapet:

$$n_{Si_0} = (1 - \lambda)n_{Si} + \lambda(\gamma n_{SiO} + (1 - \gamma)n_{SiO_2}) \quad (6.8)$$

der:

n_{Si_0} = antall mol silisium ved start

λ = andel forbrent Si

γ = andel SiO i produktene SiO og SiO₂

Av silisiumregnskapet kan man plukke ut følgende:

$$n_{Si} = (1 - \lambda) \quad (6.9)$$

$$n_{SiO} = \lambda\gamma \quad (6.10)$$

$$n_{SiO_2} = \lambda(1 - \gamma) \quad (6.11)$$

Oksygenregnskap

Man setter så opp oksygenregnskapet hvor man fokuserer på oksygenatomet:

$$n_O = n_{SiO} + 2 n_{SiO_2} \quad (6.12)$$

der n_O er en tenkt antall mol for enkeltoksygen.

Setter inn verdiene for silisiumoksidene i oksygenregnskapet:

$$n_O = \lambda\gamma + 2\lambda(1 - \gamma) \quad (6.13)$$

$$n_O = \lambda\gamma + 2\lambda - 2\lambda\gamma \quad (6.14)$$

$$n_O = \lambda(2 - \gamma) \quad (6.15)$$

Setter også inn verdien for n_O funnet fra ideell gasslov og konsentrasjon:

$$\frac{482}{c_{stø\ddot{v}}} = \lambda(2 - \gamma) \quad (6.16)$$

Kan nå finne uttrykk for $c_{stø\ddot{v}}$ og λ fra uttrykket rett ovenfor.

$$c_{stø\ddot{v}} = \frac{482}{\lambda(2 - \gamma)} \quad (6.17)$$

$$\lambda = \frac{482}{c_{stø\ddot{v}}(2 - \gamma)} \quad (6.18)$$

Man kan bruke disse to til å manipulere formlene (6.4) og (6.9) for n_{N_2} og n_{Si} . Formlene var:

$$n_{N_2} = \frac{906}{c_{stø\ddot{v}}}$$

$$n_{Si} = (1 - \lambda)$$

For å senere kunne stryke λ , skrives formlene om til å inkludere λ :

$$n_{N_2} = \frac{906}{\frac{482}{\lambda(2 - \gamma)}}$$

$$n_{N_2} = \lambda \cdot 1,881 (2 - \gamma) \quad (6.19)$$

Og n_{Si} :

$$n_{Si} = \lambda \left(\frac{1}{\lambda} - 1 \right)$$

$$n_{Si} = \lambda \left(\frac{1}{\frac{c_{støv} (2 - \gamma)}{482}} - 1 \right)$$

$$n_{Si} = \lambda \left(\frac{c_{støv} (2 - \gamma)}{482} - 1 \right) \quad (6.20)$$

Det er behov for disse formlene ved manipulering av entalpi-formelen.

Benytter formelen for ideell gasslov for å finne første uttrykk for T_P

Jeg ser på ideell gasslov først, hvor jeg antar at væske og faststoff ikke har volum. Den antakelsen kan vi ta da volum av molekyler i gass er mye større enn volumet av molekyler i væske og faststoff.

$$V_{n(g)} \gg V_{n(l,s)}$$

All oksygenet i luften forbrennes og danner silisiumoksid. Man antar at dette skjer i gassfase.

Fra ideelle gassloven har man følgende:

$$T_P = T_o \frac{P_m}{P_o} \frac{n_{R(g)}}{n_{P(g)}} = T_o \cdot P_m \frac{n_{N_2} + n_{O_2}}{n_{N_2} + n_{SiO} + n_{SiO_2}} \quad (6.21)$$

P_m er maksimumsverdi funnet eksperimentelt. T_o er utgangstemperatur. n_{SiO} står som ukjent.. Silisiumdioksid (n_{SiO_2}) antas at blir i væskefase da temperaturen ikke blir høy nok til å nå kokepunktet ($T = 3223K$) til silisiumdioksid.

Finner n_{SiO} som funksjon av n_{O_2}

Ønsker å skrive n_{SiO} som funksjon av n_{O_2} . Det kan man få til ved å dele uttrykket for n_{SiO} på uttrykket for n_{O_2} .

Fra silisiumbalansen har man formel (6.10):

$$n_{SiO} = \lambda \gamma$$

Fra oksygenbalansen kombinert med silisiumbalansen fant man formel (6.15), uttrykket for det tenkte n_o :

$$n_o = \lambda(2 - \gamma)$$

Kan da finne uttrykk for det reelle n_{O_2} ved å dele høyresiden på 2:

$$n_{O_2} = \frac{1}{2} \cdot \lambda(2 - \gamma)$$

$$n_{O_2} = \frac{\lambda(2 - \gamma)}{2} \quad (6.22)$$

Deler nå uttrykket for n_{SiO} , formel (6.10), på uttrykket for n_{O_2} , og husker at $n_{O_2} = 0,21$:

$$\frac{n_{SiO}}{n_{O_2}} = \frac{\lambda \gamma}{\frac{\lambda(2 - \gamma)}{2}}$$

$$n_{SiO} = \frac{2 \cdot n_{O_2} \lambda \gamma}{\lambda(2 - \gamma)}$$

$$n_{SiO} = \frac{2 \cdot 0,21\gamma}{(2 - \gamma)}$$

$$n_{SiO} = \frac{2 \cdot 0,21 \gamma}{(2 - \gamma)}$$

$$n_{SiO} = \frac{0,42\gamma}{2 - \gamma} \quad (6.23)$$

Har nå funnet uttrykket for n_{SiO} i gassfasen.

Kontroll av funnet formel for n_{SiO}

For å teste at formelen er riktig setter man inn ytterpunktene samt punkter i midten:

$$\gamma = 1$$

$$n_{SiO} = \frac{0,42 \cdot 1}{2 - 1}$$

$$n_{SiO} = 0,42$$

Når alt O_2 går til SiO vil vi få dobbelt så man få dobbelt så mye mol SiO som O_2 . Formelen stemmer.

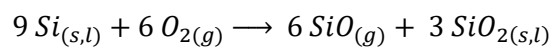
$$\gamma = 0$$

$$n_{SiO} = \frac{0,42 \cdot 0}{2 - 0}$$

$$n_{SiO} = 0$$

Når all O_2 går til SiO_2 vil vi ha intet SiO . Formelen stemmer.

Hva så når halvparten av oksygenet går til hver av SiO og SiO_2 ?



Fra den balanserte reaksjonslikningen ser man at $6 O_{2(g)}$ blir til $6 SiO_{(g)}$ og resultatet skal da være at $n_{SiO} = n_{O_2} = 0,21$. Når halvparten av oksygenet går til hver av silisiummonoksid og silisiumdioksid, ser man også fra reaksjonslikningen at man også at produktfordelingen blir $\gamma = \frac{6}{6+3} = 0,67$.

$$n_{SiO} = \frac{0,42\gamma}{2 - \gamma}$$

$$n_{SiO} = \frac{0,42 \cdot 0,67}{2 - 0,67}$$

$$n_{SiO} = \frac{0,42 \cdot 0,67}{2 - 0,67}$$

$$n_{SiO} = 0,21$$

Igjen stemmer formelen. Setter man $n_{SiO} = n_{SiO_2}$ inn i formelen blir resultatet også korrekt.

Ferdigstiller uttrykket for T_P fra ideell gasslov

Man holder antakelsen om at temperaturen blir lavere enn kokepunktet for silisiumdioksid (SiO_2) som da kan strykes som produkt i gassfasen. Setter så inn $P_0 = 1,0$ bar, $T_0 = 298$ K og uttrykket for n_{SiO} , formel (6.23):

$$T_P = T_0 \frac{P_m}{P_0} \frac{n_{Rg}}{n_{Pg}} \approx 298 \cdot P_m \frac{n_{N_2} + n_{O_2}}{n_{N_2} + n_{SiO} + n_{SiO_2}} \approx 298 \cdot P_m \frac{1}{0.79 + \frac{0.42\gamma}{2-\gamma}} \quad (6.24)$$

Her får man fra ideell gasslov et uttrykk for produkttemperaturen, T_P , som funksjon av makstrykk, P_m , og andelen silisiummonoksid (SiO) av produktene, γ .

Skulle det dannes SiO_2 og temperaturen bli høyere enn koketemperaturen for n_{SiO_2} som er 3223K kan man gjøre samme operasjon og å finne uttrykk for n_{SiO_2} og sette inn i formelen for T_P .

$$\frac{n_{\text{SiO}_2}}{n_{O_2}} = \frac{2(1-\gamma)}{2-\gamma} \quad (6.25)$$

6.1.1 Finner produkttemperaturen, T_P , fra entalpi

Vi vet at entalpi, h , kan skrives som funksjon av temperatur, formel (2.28):

$$h_k = a_k T + \frac{b_k}{2} T^2 - d_k$$

Siden grafene for entalpi (se appendiks A) er tilnærmet lineær for aktuelt temperaturintervall, kan man forenkle.

$$h_k \approx a_k T - d_k \quad (6.26)$$

Tabell 6-1 viser a og d-verdiene. Hvordan disse blir funnet er beskrevet i Tillegg A1.

Tabell 6-1 Entalpi-verdier for reaktanten silisium og produktene SiO og SiO_2 i aktuell fase

Stoff	a_k [kJ/mol]	d_k [kJ/mol]
$\text{Si}_{(l)}$	0,0272	-40,4
$\text{SiO}_{(g)}$	0,0356	112
$\text{SiO}_2(l)$ (Arntzen, privat dokument, 2022)	0,0835	901
$\text{N}_2(g)$ (Arntzen, privat dokument, 2022)	0,0366	17,06

Den andre formelen for produkttemperatur kan man finne entalpi. Fra termodynamikken vet man at energi verken kan forsvinne eller skapes. Den bevares. Så energien før reaksjonen må tilsvare energien etter reaksjonen.

$$\begin{aligned} n_{\text{Si}} h_{\text{Si}} + n_{\text{SiO}} h_{\text{SiO}} + n_{\text{SiO}_2} h_{\text{SiO}_2} + n_{\text{N}_2} h_{\text{N}_2} \\ = \\ n_{\text{Si}_0} h_{\text{Si}_0} + n_{\text{O}_2} h_{\text{O}_2} + n_{\text{N}_2} h_{\text{N}_2} + \Delta h_{\text{tennerne}} - \Delta h_{\text{varmetap}} \end{aligned} \quad (6.27)$$

For å forenkle antar man at $\Delta h_{\text{tennerne}} \approx \Delta h_{\text{varmetap}}$, altså at energien fra tennerne tilsvarer tapt energi ved at flammen kjøles ned av veggene og får da følgende:

$$n_{\text{Si}} h_{\text{Si}} + n_{\text{SiO}} h_{\text{SiO}} + n_{\text{SiO}_2} h_{\text{SiO}_2} + n_{\text{N}_2} h_{\text{N}_2} = n_{\text{Si}_0} h_{\text{Si}_0} + n_{\text{O}_2} h_{\text{O}_2} + n_{\text{N}_2} h_{\text{N}_2} \quad (6.28)$$

Ved 298K er definisjonen at entalpien til alle grunnstoff ved sin mest stabile form er lik 0. Siden høyresiden av likningen består kun av grunnstoff ved standardtilstand så blir den da lik null. a_k og d_k er kjente konstanter fra Tabell 6-1.

Setter inn for h , formel (6.26), i formelen.

$$n_{Si}(a_{Si}T - d_{Si}) + n_{SiO}(a_{SiO}T - d_{SiO}) + n_{SiO_2}(a_{SiO_2}T - d_{SiO_2}) + n_{N_2}(a_{N_2}T - d_{N_2}) = 0$$

Ganger ut:

$$n_{Si}a_{Si}T - n_{Si}d_{Si} + n_{SiO}a_{SiO}T - n_{SiO}d_{SiO} + n_{SiO_2}a_{SiO_2}T - n_{SiO_2}d_{SiO_2} + n_{N_2}a_{N_2}T - n_{N_2}d_{N_2} = 0$$

Flytter T -ledd til venstre side og de andre til høyre side:

$$n_{Si}a_{Si}T + n_{SiO}a_{SiO}T + n_{SiO_2}a_{SiO_2}T + n_{N_2}a_{N_2}T = n_{Si}d_{Si} + n_{SiO}d_{SiO} + n_{SiO_2}d_{SiO_2} + n_{N_2}d_{N_2}$$

Faktoriserer ut T :

$$T(n_{Si}a_{Si} + n_{SiO}a_{SiO} + n_{SiO_2}a_{SiO_2} + n_{N_2}a_{N_2}) = n_{Si}d_{Si} + n_{SiO}d_{SiO} + n_{SiO_2}d_{SiO_2} + n_{N_2}d_{N_2}$$

Setter T alene:

$$T = \frac{n_{Si}d_{Si} + n_{SiO}d_{SiO} + n_{SiO_2}d_{SiO_2} + n_{N_2}d_{N_2}}{n_{Si}a_{Si} + n_{SiO}a_{SiO} + n_{SiO_2}a_{SiO_2} + n_{N_2}a_{N_2}}$$

Setter nå inn for a - og d -verdier fra Tabell 6-1:

$$T = \frac{-40,4 n_{Si} + 122 n_{SiO} + 901 n_{SiO_2} + 17,06 n_{N_2}}{0,0272 n_{Si} + 0,0356 n_{SiO} + 0,0835 n_{SiO_2} + 0,0366 n_{N_2}} \quad (6.29)$$

Forbereder nå å sette inn for n -verdiene.

Som vi har funnet over, formel (6.10), (6.11), (6.19) og (6.20), har vi følgende uttrykk for n :

$$\begin{aligned} n_{N_2} &= \lambda \cdot 1,881 (2 - \gamma) \\ n_{SiO} &= \lambda \gamma \\ n_{SiO_2} &= \lambda (1 - \gamma) \\ n_{Si} &= \lambda \left(\frac{c_{støv} (2 - \gamma)}{482} - 1 \right) \end{aligned}$$

Setter inn for n -verdiene:

$$T = \frac{-40,4 \lambda \left(\frac{c_{støv} (2 - \gamma)}{482} - 1 \right) + 112 \lambda \gamma + 901 \lambda (1 - \gamma) + 17,06 \lambda \cdot 1,881 (2 - \gamma)}{0,0272 \lambda \left(\frac{c_{støv} (2 - \gamma)}{482} - 1 \right) + 0,0356 \lambda \gamma + 0,0835 \lambda (1 - \gamma) + 0,0366 \lambda \cdot 1,881 (2 - \gamma)}$$

Alle leddene inkluderer en λ som da kan strykes mot hverandre:

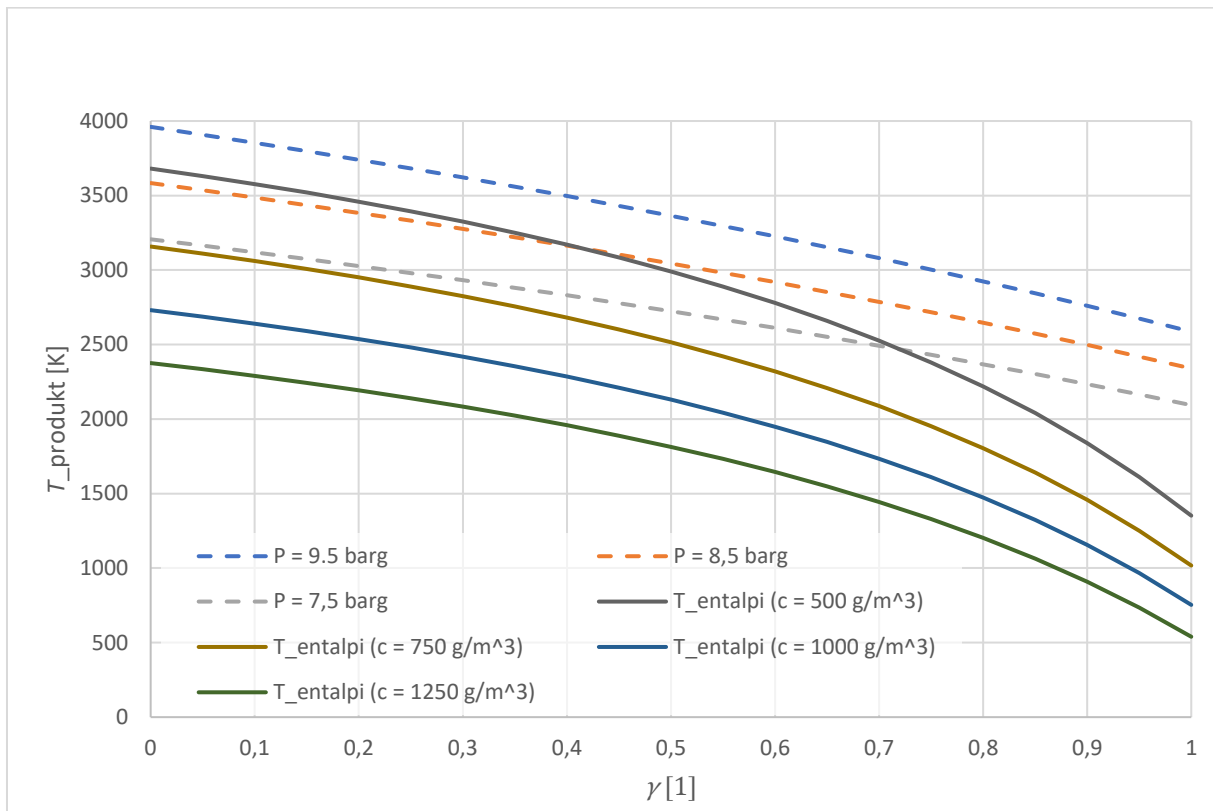
$$T = \frac{-40,4 \left(\frac{c_{støv} (2 - \gamma)}{482} - 1 \right) + 112 \gamma + 901 (1 - \gamma) + 17,06 \cdot 1,881 (2 - \gamma)}{0,0272 \left(\frac{c_{støv} (2 - \gamma)}{482} - 1 \right) + 0,0356 \gamma + 0,0835 (1 - \gamma) + 0,0366 \cdot 1,881 (2 - \gamma)} \quad (6.30)$$

Har her funnet en formel for temperaturen av produktene og støvrestene som funksjon av støvkonsentrasjonen og andel silisiummonoksid i produktet.

Ved å sette $\gamma = 1$ inn i formelen over, som innebærer at produktet bare er SiO, så blir forbrenningstemperaturen, $T_p = 1350$ K ved $c = 500$ g m⁻³. Dette er ikke tilstrekkelig for å danne de observerte trykkene $P_m = 8-10$ barg. Dermed må SiO₂ også dannes i forbrenningsprosessen.

Plotter temperatur og entalpi mot hverandre

Figur 6-1 viser formelen fra entalpi med forskjellige støvkonsentrasjoner og formelen fra den ideelle gassloven med forskjellige maksimumstrykk. Ved å taste inn de eksperimentelle data fra de forskjellige prøvene, f.eks. støv B100 ved konsentrasjon $c = 500$ g m⁻³, $P_{m, 500} = 8,3$ barg kan man lese grafen og få verdiene $\gamma = 0,51$ og $T = 2970$ K. Dette en av de få eksperimentelle dataene hvor disse grafene krysser hverandre.



Figur 6-1 Plott av grafen utledet fra entalpi over 4 forskjellige støvkonsentrasjoner og plott av formelen utledet fra ideell gasslov med trykk 3 forskjellige maksimumstrykk. Ikke alle grafer krysser hverandre. Eksperimentelle data sier at de skulle ha krysset.

De middels høye konsentrasjonene, $c = 750$ g m⁻³ i Figur 6-1 krysser ikke det lave trykket, $P_m = 8,5$ barg, oppnådd eksperimentene ved denne konsentrasjonen. Det betyr at silisiumrestene ikke kan varmes fullt opp til produkttemperatur.

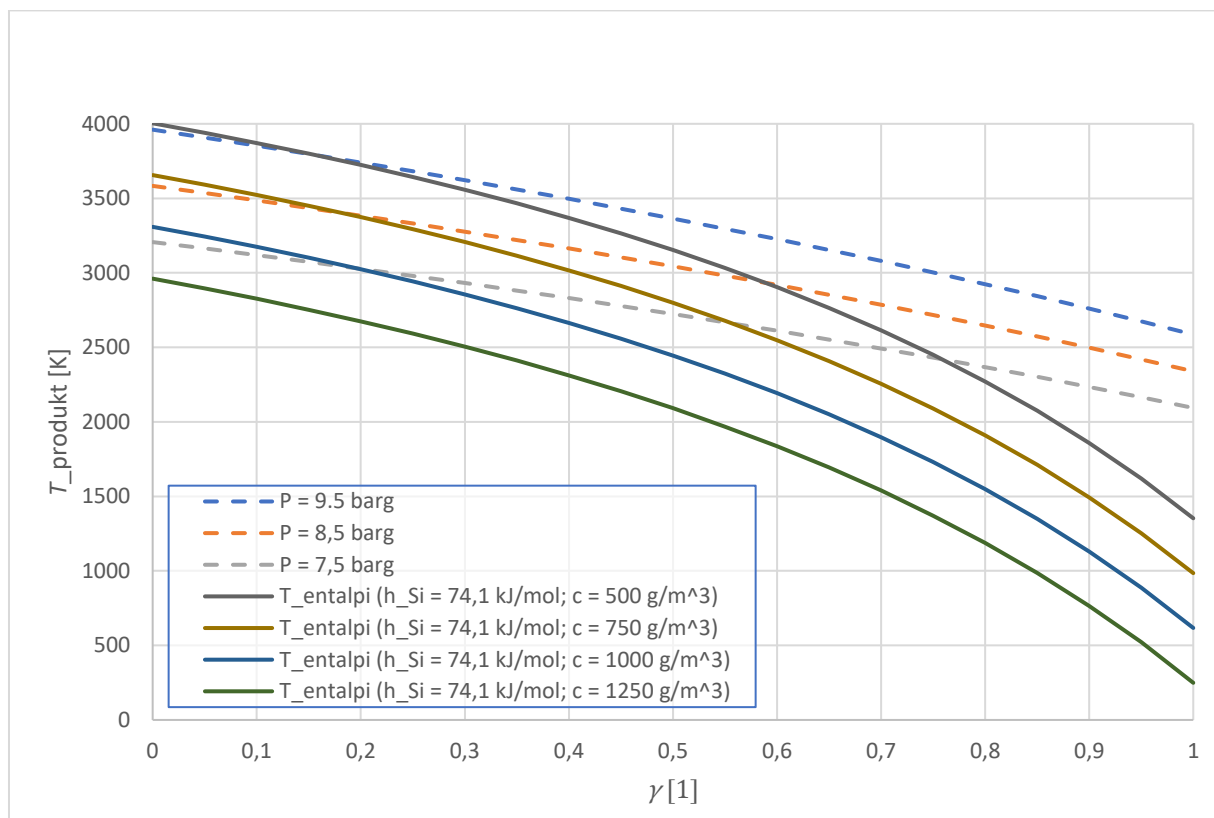
Innføring av faktor Φ for silisium (Si)

For å få en formel som følger realitetene bedre, innføres faktor Φ som forteller hvor stor andel av varme som overføres til det uforbrente silisium. Ved $\Phi_1 = \Phi_2 = 1$ er temperaturen i det ureagerte silisiumstøvet det samme som til produktene, $T_{Si} = T_p$. Ved $\Phi_1 = \Phi_2 = 0$ er temperaturen i det ureagerte silisiumstøvet likt temperaturen før tenning. Ingen varmeoverføring har funnet sted til det ureagerte silisiumstøvet. Ved det tilfellet vil støvkonsentrasjonsleddet falle ut av formelen.

$$T = \frac{-40,4 \Phi_1 \left(\frac{c_{støv}(2-\gamma)}{482} - 1 \right) + 112 \gamma + 901 (1-\gamma) + 17,06 \cdot 1,881 (2-\gamma)}{0,0272 \Phi_2 \left(\frac{c_{støv}(2-\gamma)}{482} - 1 \right) + 0,0356 \gamma + 0,0835 (1-\gamma) + 0,0366 \cdot 1,881 (2-\gamma)} \quad (6.31)$$

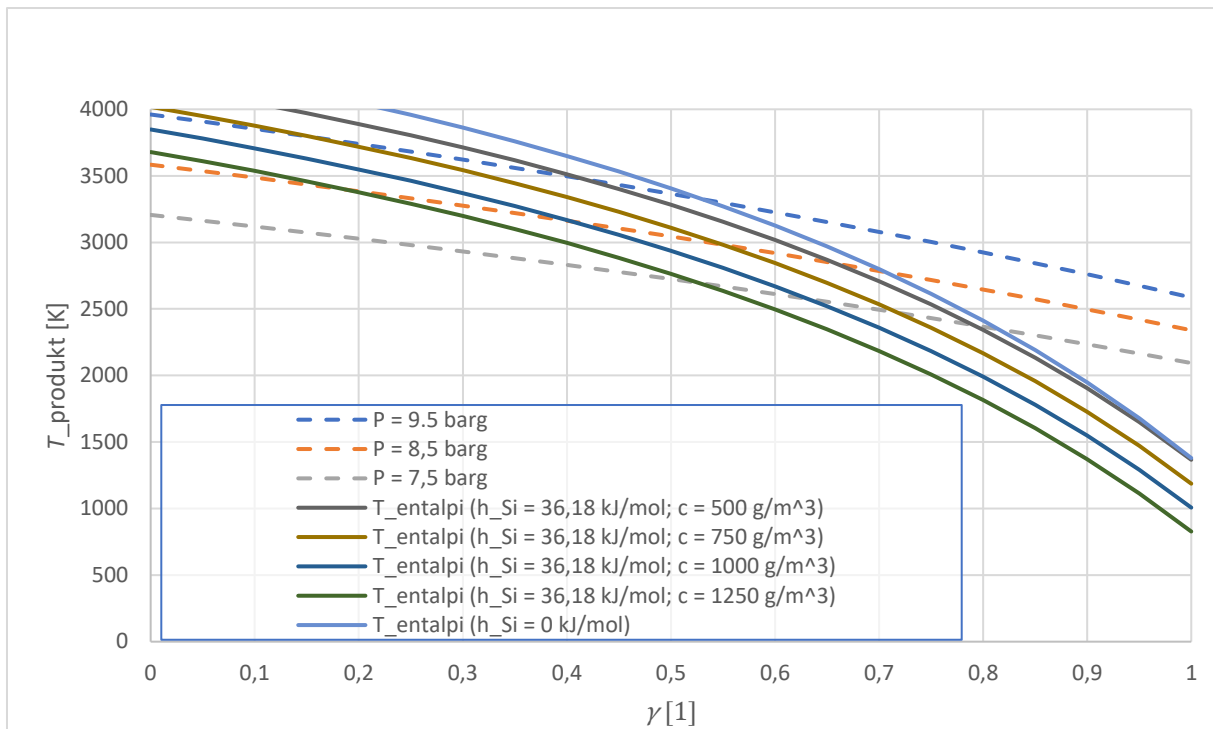
En bedre fremgangsmåte kan være å sette temperaturen til uforbrent silisium til å være smeltepunktet ($T = 1690 \text{ K}$) og entalpien til at alt støv enten er i fast form eller har ferdig gjennomgått faseskifte og er i smeltet form. Det kan man gjøre ved å sette $\Phi_2 = 0$ som fjerner temperaturavhengigheten og $\Phi_1 = -0,8957$ som setter entalpien til å være konstant den ved faseskiftet for fast form ($h_{s, T=1690} = 36,18 \text{ kJ/mol}$). Når alt silisium er smeltet ($h_{l, T=1690} = 74,10 \text{ kJ/mol}$) blir fortsatt $\Phi_2 = 0$, men $\Phi_1 = 1,834$. Disse to endringene innebærer i realiteten endring i d -faktoren og at $a = 0$.

Figur 6-2 viser entalpigraferne nå med korreksjonsfaktor $\Phi_1 = 1,834$. Grafene for de ulike konsentrasjoner og trykk krysses i dette tilfellet der eksperimentene ga resultater. Men, ved høyere konsentrasjoner som $c \geq 1250 \text{ g m}^{-3}$ krysser ikke grafene for entalpi og trykk hverandre. Da de eksperimentelle resultatene sier de skal krysses her betyr det at alt støvet ikke kunne ha smeltet.



Figur 6-2 Grafer for entalpi der silisiumrestene har konstant entalpi $h_{l, T=1690} = 74,10 \text{ kJ/mol}$ over forskjellige konsentrasjoner, sammen med grafer for 3 maksimumstrykk. Grafene krysser nå hverandre, men fortsatt ikke i samsvar med eksperimentelle verdier for konsentrasjon og maksimumstrykk.

Figur 6-3 viser entalpigrafer for forskjellige konsentrasjoner når alt silisiumstøvestene varmes opp til smeltetemperatur ($T = 1690 \text{ K}$), men forblir i fast fase. Her krysser nå temperaturgrafen fra entalpi med $c = 1250 \text{ g m}^{-3}$ nå grafen fra trykk $P = 8,5 \text{ barg}$ -grafen slik som eksperimentene viste. Som et ytterpunkt er det i plottet også inkludert graf som setter entalpien til uforbrent silisium til $h = 0$, den samme h som silisium før antenning.



Figur 6-3 Fire grafer for entalpi, med uforbrent silisium ved konstant entalpi $h_{s, T = 1690} = 36,18 \text{ kJ/mol}$ over forskjellige konsentrasjoner og der uforbrent silisiumstøv har $h = 0$, sammen med grafer for formelen for ideal gass over 3 ulike trykk. Disse grafene krysser hverandre med trykk og konsentrasjoner observert i eksperimentene.

6.2 Modellen målt opp mot eksperimentelle data

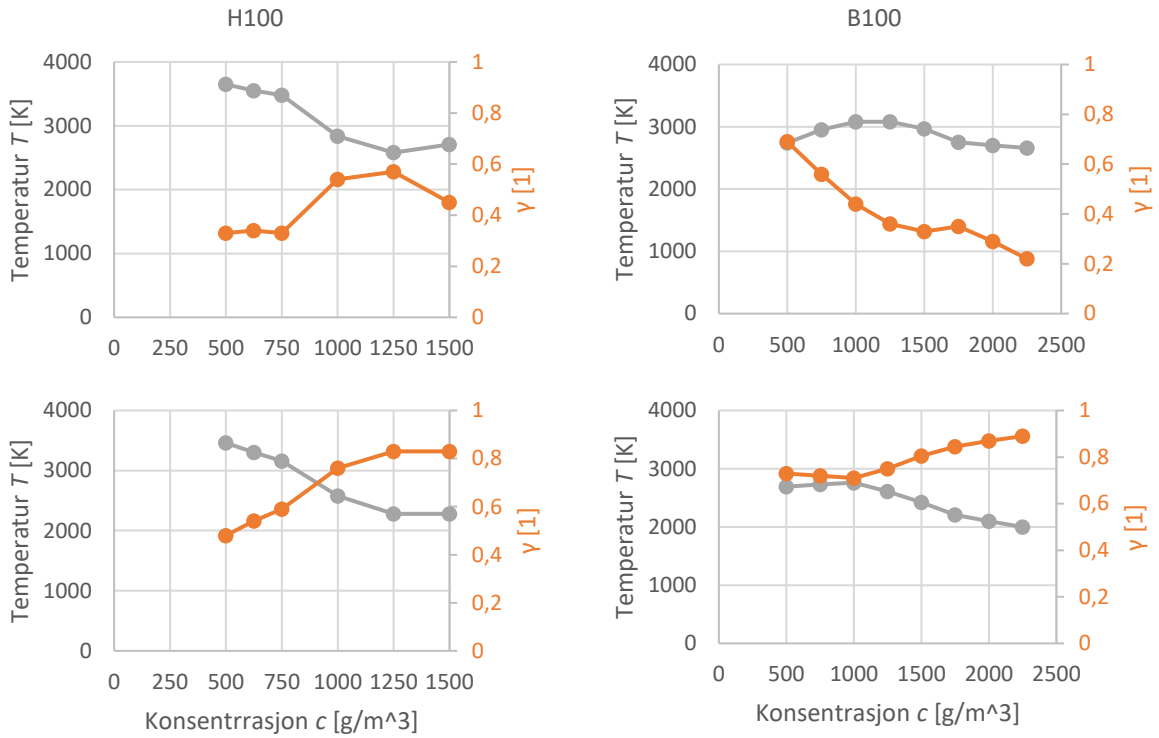
Å estimere hvor mye varme som overføres til uforbrent silisium varmes er en utfordring. Grafene må krysse hverandre og når temperaturen settes til $T = 1690 \text{ K}$ og entalpien er ferdig smeltet, så krysset grafene for blandingene kun ved $c = 500 \text{ g m}^{-3}$, og temperaturen blir over 3220 grader og da skal silisiumdioksid koke. Modellen forutsetter at silisiumdioksid er i flytende fase.

En interessant observasjon er at for G100 ved $c = 750 \text{ g m}^{-3}$ og $P_m = 2,6 \text{ barg}$ så krysses alle grafene ved $\gamma > 1$. Faktoren γ skal være en et tall mellom 0 og 1. Det som har skjedd her er at med $P_m = 2,6 \text{ barg}$ så har ikke all oksygenet blitt konsumert og forutsetningen for bruk av formelen er ikke til stede. Formelen må også brukes med varsomhet for konsentrasjoner lavere enn $c = 500 \text{ g m}^{-3}$. Den baserer seg på SiO som har støkiometrisk konsentrasjon ved $c = 482 \text{ g m}^{-3}$.

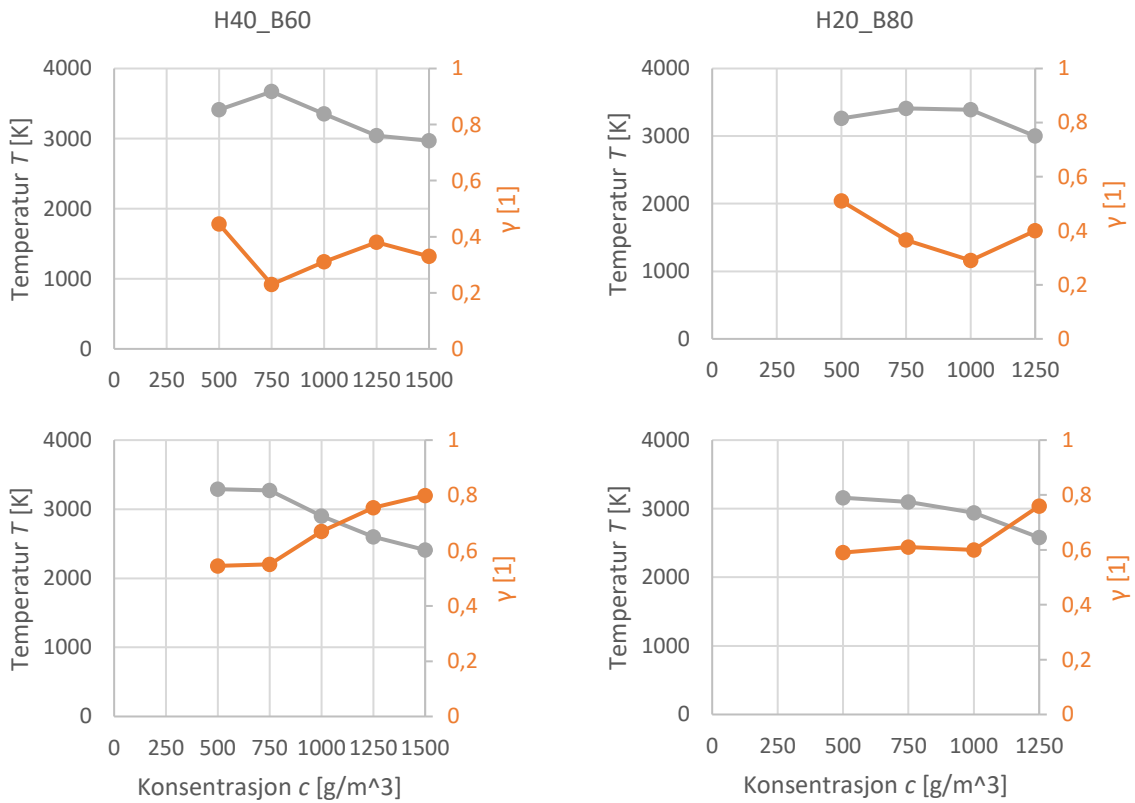
For referansetøv H som ga de høyeste P_m -verdiene så krysser ikke formlene hverandre før entalpien til uforbrent silisium settes til konstant entalpien til når alt støvet uforbrent silisium er i fast stoff og ved $T = 1690 \text{ K}$.

Figur 6-4 viser bruk av modellen på de eksperimentelle dataene til referansetøvene H og B. Modellen viser at for H100 er produkttemperatur over koketemperaturen (3220 K) til silisiumdioksid ved $c = 500$ til 750 g m^{-3} . Dette grunnet det høye målte trykket. Det er som nevnt problematisk. Når ingen varme tas opp av uforbrent silisium og ved $c = 500 \text{ g m}^{-3}$ er H100 fortsatt over kokepunktet. Årsaken ligger sannsynligvis i den grove forenklingen der varmesluk og tilført varme er satt lik hverandre.

Figur 6-5 viser bruk av modellen der de eksperimentelle dataene c og P_m er tastet inn for blandingene H40_B60 og H20_B80. For H40_B60 ser man også det samme som for H100. Kokepunktet for silisiumdioksid passerer.



Figur 6-4 Modellen med input fra eksperimentelle data, c og P_m , for støvene H100 (til venstre) og B100 (til høyre). Øverst settes entalpien for uforbrent silisium til $h_{s, T=1690} = 36,18$ kJ/mol og nederst $h = 0$.



Figur 6-5 Modellen med input fra eksperimentelle data, c og P_m , for blandningene H40_B60 (til venstre) og H20_B80 (til høyre). Øverst settes entalpien for uforbrent silisium til $h_{s, T=1690} = 36,18$ kJ/mol og nederst $h = 0$.

7 Konklusjoner

Eksperimentelle undersøkelser av silisiumstøv med forskjellig partikkelstørrelsesfordelinger har blitt utført et 20-liters eksplosjonskammer ved IFT ved UiB. Hensikten har vært å undersøke om det er empirisk korrelasjon mellom utvalgte eksplosjonsparametere og en rekke parametere funnet fra partikkelstørrelsesfordelingene.

Resultatene fra forsøkene viser at ved å tilføre en liten mengde finpartiklet støv til en støvblanding så vil støvblandingens maksimale trykkstigningshastighet, $(dP/dt)_{maks}$, øke og $(dP/dt)_{maks}$ vil forekomme ved magrere konsentrasjonen. Dette innebærer at støveksplasjon blir både sterkere og at konsentrasjonen hvor det sterkeste effekten oppstår blir lavere.

Analyse av resultatene ga en empirisk korrelasjon for støvblandingenes maksimale trykkstigningshastighet mot støvets overflatevektet gjennomsnittlige partikkelstørrelse, $D[3,2]$.

$$\left(\frac{dP}{dt}\right)_{maks} \left[\frac{\text{bar}}{\text{s}}\right] = 785 - 28,8 D[3,2]$$

Det var god korrelasjon mot tilgjengelige data på støveksplasjonsparametere og partikkelstørrelsesfordeling. Det ble også funnet god korrelasjon mellom $(dP/dt)_{maks}$ og partikkelstørrelsesparameteren $D10$. Analyse av de begrensede eksterne dataene sammen med resultatene fra UiB ga korrelasjon mellom maksimumstrykk, P_{maks} , og $D[3,2]$ samt P_{maks} og $D10$. For nedre eksplosjonsgrense (LEL) ble det i dataene fra UiB funnet korrelasjon mot $D[3,2]$, der $D[3,2] < 11 \mu\text{m}$.

Opgaven inkluderer også utviklingen av en forbrenningsmodell for silisiumstøv. Et første utkast for en empirisk modell som kan benyttes i simuleringsverktøyet FLACS-DustEx ble utviklet. Entalpieregninger viser at silisiumdioksid, SiO_2 , må være et produktene. Uten denne frigjøringen av entalpi er det ikke mulig å oppnå temperaturene som eksperimentene viser. Modellen finner forbrenningstemperatur basert på ideell gasslov og termodynamikkens første lov og har blitt kontrollert mot eksperimentelle data som målt maksimumstrykk, P_m , ved forskjellige støvkonsentrasjoner. Modellen gir ut andel silisiummonoksid i produktene og forbrenningstemperatur.

8 Forslag til videre arbeid

Man kan analysere med metoder fra flervariabel analyse / kjemometri de mange partikkelstørrelses- og eksplosjonsparameterne, samt støkiometriske verdier for å se om det kommer frem variabel-avhengige sammenhenger.

For å få flere datapunkt på aktuelle partikkelstørrelsesparameterne bør det utføres flere eksperimenter, gjerne i områdene der partikkelstørrelsesfordelingene i denne oppgaven har hull. Det vil også nyttig å ha slike data på støv som ikke er antennbare. Flere forsøk her kan være en ide. Det kan også være en ide å tilsette enda finere støv enn gjort i denne oppgaven.

Det finnes gamle støvprøver med kjent partikkelstørrelse, men med høy usikkerhet på eksplosjonsdataene. Det kan gjøres nye forsøk med disse støvene for å bedre usikkerheten. Materialet benyttet i oppgaven er rent silisium. Det kan være interessant å se på andre kjemiske forbindelser eller andre metaller.

Med hensyn til modellutviklingen, så er resultatene i denne oppgaven basert på en rekke forenklinger og antakelser, som at entalpien tilført systemet i form av kjemiske tenner er lik entalpien ut av systemet i form av kjøling. En justering i form av korreksjonsfaktor bør vurderes. Effekten av kjølingen til kammerveggen er trolig større enn effekten av oppvarmingen fra tennerne. Videre, matematikken i modellen tar utgangspunkt i at eksplosjonen starter ved standardbetingelser. De matematiske formlene bør generaliseres.

Bestemmelsen av mengden energi overført til uforbrent silisium er en utfordring. Denne modellen sier at ved alle konsentrasjoner så blir entalpien som overføres per mol, h , like stor uavhengig av konsentrasjonen. Det er en grov forenkling. Dette er trolig avhengig av både partikkelstørrelsesfordelingen og konsentrasjonen. Så de innførte korrigeringskoeffisientene bør vurderes å endres til en funksjon av konsentrasjon og/eller partikkelstørrelsesfordeling. Tyngdekraften virker inn på partiklene i en støvsky og partikler vil falle til bunn. Det kan være at det er mulig å lage forenklinger basert på det.

Modellen er matet med empirisk data som konsentrasjon og eksplosjonsdata. Dataene som modellen gir ut, er ikke analysert i dybden. Her gjenstår det arbeid.

Tilgjengelige data om entalpi har enten vært ufullstendige eller av lav kvalitet. Neste kandidat bør verifisere dem. NASAs "Thermobuilder" kan her være et aktuelt verktøy.

Epilog

Vitenskapsakademiet i Torino tok i 1785 initiativ for å undersøke en støvekspløsjon som ble den første vitenskapelige nedtegnede støvekspløsjonen. Det ble starten på det vitenskapelige arbeidet for sikre at færrest mulig mennesker blir skadet eller mister livet, og at minst mulig materielle verdier går tapt som følge av støvekspløsjoner. Hadde bakeren i Torino vært i live i dag så ville han trolig vært stolt av at den lille ulykken i hans mellager har inspirert forskere til å arbeide med støvekspløsjoner og slik forhindrer de neste ulykkene fra å skje.

Referanseliste

- Arbeidstilsynet. (udatert). *Eksplisjonsfarlig atmosfære (ATEX)*. Arbeidstilsynet. Besøkt 05.09.2022 ved <https://www.arbeidstilsynet.no/tema/eksplisjonsfarlig-atmosfaere/>
- Cesana, C. & Siwek, R. (2020). *Manual for 20-I-Apparatus 7.1*. TÜV SÜD Schweiz AG, Cesana AG
- Cruz, C. (2019). *Study of the effect of dust dispersion and turbulence on explosion properties of atmospheres of fine ferro-silicon powders*. [Bachelor thesis, Instituto Tecnológico de Altamira.]
- Eckhoff, R. K. (2003). *Dust explosions in the process industries*. Gulf Publishing Company, Amsterdam. DOI: <https://doi.org/10.1016/B978-0-7506-7602-1.X5000-8>
- Eckhoff, R. K. (2016). *Explosion hazards in the process industries*. Gulf Publishing Company, Amsterdam. DOI: <https://doi.org/10.1016/B978-0-12-803273-2.01001-X>
- Esbensen, K. H. & Wagner, C. (2016). Into the laboratory... TOS still reigns supreme. *Spectroscopy Europe* vol. 28 no. 6 (2016)
- Esbensen, K. H. & Wagner, C. (2017). Representative mass reduction in the laboratory: riffle splitting galore (with or without errors). *Spectroscopy Europe* vol. 29 no. 1 (2017)
- Henins, I. (1964). Precision density measurement of silicon. *Journal Of Research Of The National Bureau Of Standards Section A: Physics And Chemistry*, 68A(5), 529. doi: <https://doi.org/10.6028/jres.068a.050>
- Huseman, M. (2017), *Preventing grain dust explosions starts with you*. Gooddayswork. Besøkt 24.06.2022 ved <https://blog.gooddayswork.ag/blog/preventing-grain-dust-explosions>
- Internkontrollforskriften. (1996). *Forskrift om systematisk helse-, miljø- og sikkerhetsarbeid i virksomheter* (FOR-1996-12-06-1127) Lovdata. <https://lovdata.no/dokument/SF/forskrift/1996-12-06-1127>
- Kobayashi, Y., Matsuda, S., Imamura, K., & Kobayashi, H. (2017). Hydrogen generation by reaction of Si nanopowder with neutral water. *Journal of nanoparticle research : an interdisciplinary forum for nanoscale science and technology*, 19(5), 176. <https://doi.org/10.1007/s11051-017-3873-z>
- Larsen, T. F. (2018). *Determination of minimum ignition energy and minimum ignition temperatures for silicon powder*. Gexcon.
- Lepage, H., Masson, M., Delanghe, D. et al. (2019). Grain size analyzers: results of an intercomparison study. *SN Appl. Sci.* 1(9) <https://doi.org/10.1007/s42452-019-1133-9>
- Malvern Instruments. (2007). *Mastersizer 2000 user manual*, Malvern Instruments. https://www.malvernpanalytical.com/en/assets/Mastersizer-2000-user-manual-English-MAN0384-1-0_tcm50-11674.pdf
- Malvern Instruments. (2015). *A basic guide to particle characterization*. Malvern Instruments. https://www.cif.iastate.edu/sites/default/files/uploads/Other_Inst/Particle%20Size/Particle%20Characterization%20Guide.pdf
- National Center for Biotechnology Information. (2022a). PubChem Compound LCSS for CID 5461123, *Silicon*. Besøkt 11.07.2022 ved [https://pubchem.ncbi.nlm.nih.gov/compound/Silicon#datasheet=LCSS%EF%BF%82%EF%BE%A7ion%3DThreshold-Limit-Values-\(TLV\)](https://pubchem.ncbi.nlm.nih.gov/compound/Silicon#datasheet=LCSS%EF%BF%82%EF%BE%A7ion%3DThreshold-Limit-Values-(TLV)).
- National Center for Biotechnology Information. (2022b). PubChem Compound LCSS for CID 24261, *Silicon dioxide*. Besøkt 11.07.2022 ved <https://pubchem.ncbi.nlm.nih.gov/compound/Silicon-dioxide#datasheet=LCSS>.
- National Institute of Standards and Technology. (udatert.a). *Silicon*. NIST. Besøkt 02.09.2022 ved <https://webbook.nist.gov/cgi/inchi?ID=C7440213&Mask=1#Thermo-Gas>
- National Institute of Standards and Technology. (udatert.b). *Silicon*. NIST. Besøkt 02.09.2022 ved <https://webbook.nist.gov/cgi/inchi?ID=C7440213&Mask=2#Thermo-Condensed>

- National Institute of Standards and Technology. (udatert.c). *Silicon monoxide*. NIST. Besøkt 15.07.2022 ved <https://webbook.nist.gov/cgi/cbook.cgi?ID=C10097286&Units=SI&Mask=6F>
- National Institute of Standards and Technology. (udatert.d). *Silicon oxide*. NIST. Besøkt 02.09.2022 ved <https://webbook.nist.gov/cgi/cbook.cgi?ID=C99493557&Units=SI&Mask=2>
- Rawle, A. (2003). The Basic Principles of Particle Size Analysis. *Surface Coatings International Part A: Coatings Journal*. 86. 58-65.
- Siwek, R. (1977). *20-L Laborapparatur für die Bestimmung der Explosionskenngrößen brennbarer Stäube*. [Diploma Dissert, Technikum Winterthur.]
- Skjold, T. (2003). *Selected aspects of turbulence and combustion in 20-litre explosion vessels*. [Candidatus Scientiarum thesis, Universitetet i Bergen.]
- Skjold, T. (2007). Review of the DESC project. *Journal of Loss Prevention in the Process Industries*, 20: 291-302. DOI: <http://dx.doi.org/10.1016/j.jlp.2007.04.017>
- Skjold, T., Arntzen B. J., Storvik, I. E. & Hansen, O. R. (2005). *Modelling in DESC – Version 1.0b3*. Gexcon, Bergen, august 2005
- van der Wel, P., Lemkowitz, S., Scarlett, B. & van Wingerden, K. (1991). A Study of Particle Factors Affecting Dust Explosions. *Particle & Particle Systems Characterization*, 8(1-4), 90-94. doi: <https://doi.org/10.1002/ppsc.19910080116>
- van Wingerden, K. (2019). Application of laboratory-scale determined KSt-values of metal dust to industrial scale processes. *Chemical Engineering Transactions*, 77, 679-684. <https://doi.org/10.3303/CET1977114>
- Wikipedia. (2022a, 26. august). *Silicon*. Wikipedia. <https://en.wikipedia.org/wiki/Silicon>
- Wikipedia. (2022b, 24. august). *Silicon dioxide*. Wikipedia. https://en.wikipedia.org/wiki/Silicon_dioxide
- Wikipedia. (2022c, 12. juni). *Silicon monoxide*. Wikipedia. https://en.wikipedia.org/wiki/Silicon_monoxide

A. Tillegg

A1 Entalpiverdier for silisium og oksidene

Entalpidata for silisium og silisiumdioksid (Skjold et al., 2005) vises i Tabell A-1 og viser konstantene fra formel gjengitt nedenfor. Konstantene er fra kilden oppgitt i J/kg.

$$h_f \left[\frac{\text{J}}{\text{kg}} \right] = a T + \frac{b}{2} T^2 - d \quad (\text{A.1})$$

Tabell A-1 Entalpiverdier fra Skjold et al. (2005).

stoff	fase	a [J/kg]	b [J/kg]	d [J/kg]
Si	s	925,57	0	275959
	l	969,35	0	$-1,0 \cdot 10^6$
	g	801,86	0	$-2,0 \cdot 10^7$
SiO ₂	s	986,21	$1,0 \cdot 10^{-7}$	$2,0 \cdot 10^7$
	l	1 390,30	$2,0 \cdot 10^{-14}$	$2,0 \cdot 10^7$
	g	974,7	$1,50 \cdot 10^{-2}$	$6,0 \cdot 10^6$

Disse konstantene må konverteres fra J/kg til kJ/mol ved formelen nedenfor.

$$a_k = a * \frac{M_i}{1000000}$$
$$M_{\text{SiO}_2} = 60,0843 \frac{\text{g}}{\text{mol}}$$
$$M_{\text{Si}} = 28,0855 \frac{\text{g}}{\text{mol}}$$

Noen av verdiene oppgitt i tabellen er mistenkelige. b - og d -leddene skrevet på vitenskapelig notasjon og med høyere enn faktoren 10^6 ender alle med desimalen 0. Dette er mistenkelig. Det som ofte skjer i visningen av en trend i et Excel-plott er at når vitenskapelig notasjon slår inn, gjerne ved 10^6 , så blir trenden vist med kun ett gjeldende siffer. Det ser ut som om en avrunding har blitt utført, for deretter å øke tilbake til to gjeldende siffer, bare nå med tapt informasjon. Dermed ble desimalen 0 lagt til på alle disse verdiene. Verdien for $\text{Si}_{(l)}$ er oppgitt til å være $d = -1,0 \cdot 10^6$ J/kg. Med kun ett gjeldende siffer på $-1 \cdot 10^6$, så kan $\text{Si}_{(l)}$ være mellom $-0,50 \cdot 10^6$ og $-1,49 \cdot 10^6$ J/kg. Heldigvis finnes det annen tilgjengelig data (National Institute of Standards and Technology [NIST], udatert.b) og kontrollregning kan utføres for a - og d -verdiene for $\text{Si}_{(l)}$.

Omregning til kJ/mol gir $d_{\text{Si}(l)} = 28,0855$ kJ/mol. Ved å bruke Shomate-likningen fra NIST(udatert.b) over temperaturområdet til væskefasen til silisium blir trendens a - og d -verdier som vist i Tabell A-2. Den nye d er $d_{\text{Si}(l)} = 40,4$ kJ/mol, en økning på 42 % fra 28,055 kJ/mol som utregnet fra Skjold et al. (2005). Dette sammenfaller med scenarioet der en avrunding har funnet sted.

Ved å bruke formelen for konvertering nevnt ovenfor har aktuelle verdier blitt konvertert og er presentert i tabellen nedenfor. b -leddet er utelatt da den forkortes vekk. Arntzen (privat dokument, april 2022) har oppgitt verdiene for SiO_2 og N_2 . Tabellen nedenfor viser konstantene på formen:

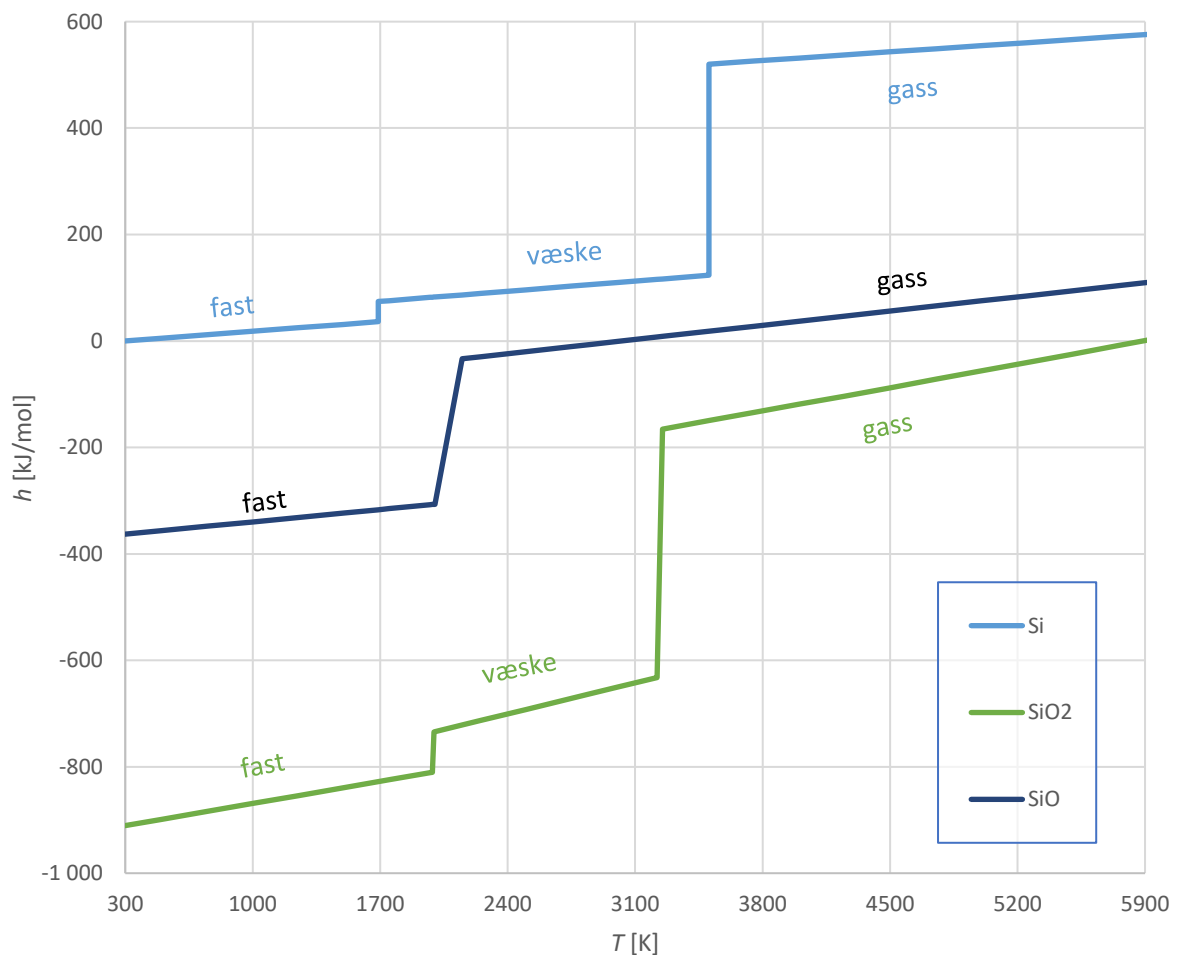
$$h \left[\frac{\text{kJ}}{\text{mol}} \right] = a T - d \quad (\text{A.2})$$

Tabell A-2 Stoff i aktuelle faser plukket ut fra Skjold og konvertert til riktig enhet, Si(l) og SiO(g) er utregnet fra NISTs Shomate-likninger (NIST, udatert.b, udatert.c).

Stoff	a_k [kJ/mol]	d_k [kJ/mol]
Si(l)	0,0272	-40,4
SiO(g)	0,0356	112
SiO ₂ (l) (Arntzen, privat dokument, 2022)	0,0835	901
N ₂ (g) (Arntzen, privat dokument, 2022)	0,0366	17,06

Ved å bruke dataene i tabellen, koke- og smeltepunkt for silisium og oksidene og Shomate-likningene fra NIST (udatert.a, udatert.b, udatert.c, udatert.d) er det mulig å sette opp følgende entalpi-skjema i Figur A-1.

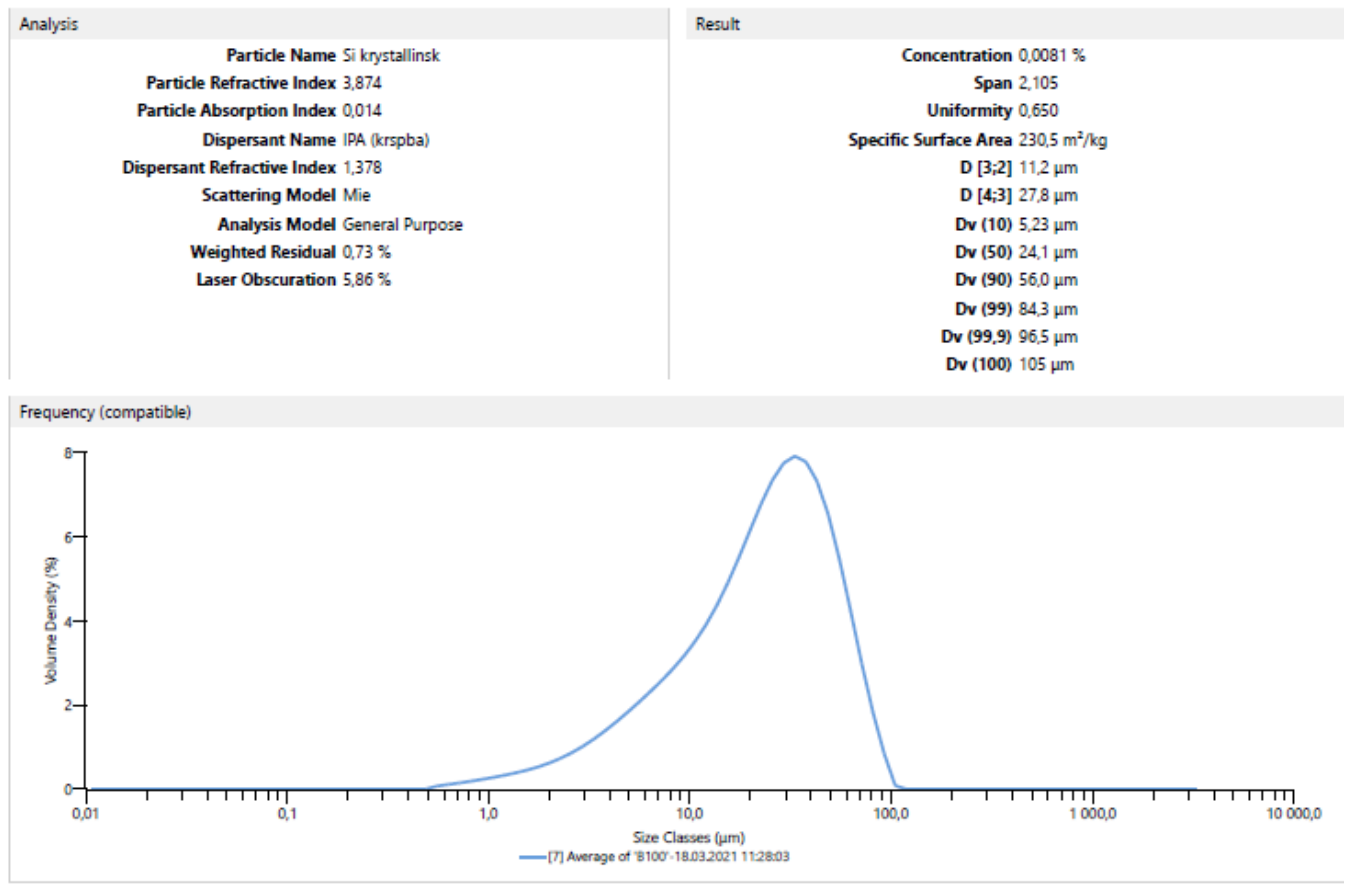
Merk at for SiO var det ikke mulig å finne gode entalpiverdier for væskefasen, 1975 K < T <= 2150 K (Wikipedia, 2022c). Produkt-temperaturen vil ligge over T = 2150 K så dette er uten praktisk betydning.



Figur A-1 Entalpi for silisium, silisiummonoksid og silisiumdioksid plottet mot temperatur [K]

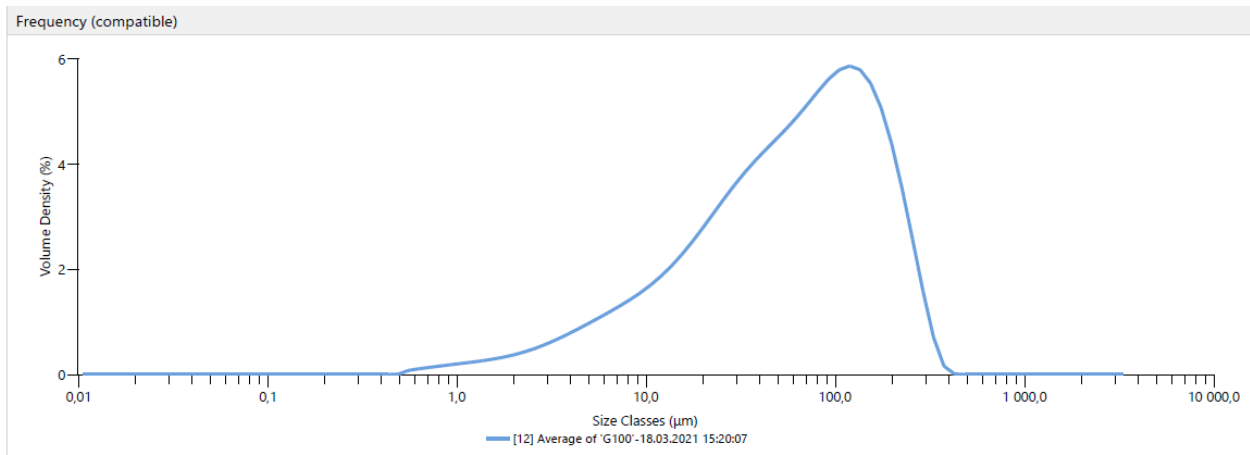
A2 Malvern-rapportene for støvblandingene

Figur A-2 til Figur A-8 viser Malvern-rapportene for stoff B, H, blandingene fra disse og stoff G



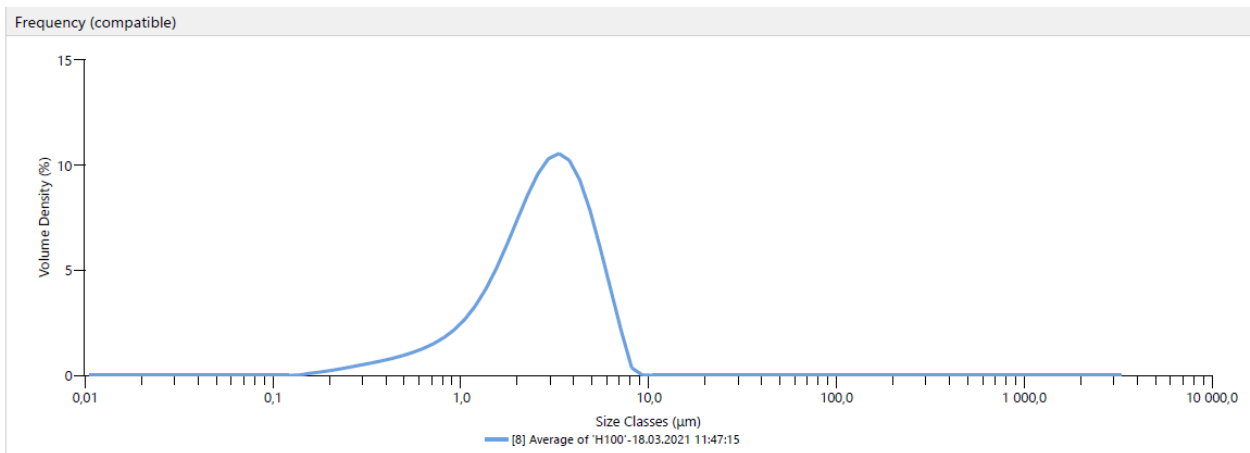
Figur A-2 Malvern-resultater for B100

Analysis	Result
Particle Name Si krystallinsk	Concentration 0,0136 %
Particle Refractive Index 3,874	Span 2,933
Particle Absorption Index 0,014	Uniformity 0,911
Dispersant Name IPA (krspba)	Specific Surface Area 142,7 m ² /kg
Dispersant Refractive Index 1,378	D [3;2] 18,0 μm
Scattering Model Mie	D [4;3] 83,1 μm
Analysis Model General Purpose	Dv (10) 8,67 μm
Weighted Residual 0,92 %	Dv (50) 62,0 μm
Laser Obscuration 6,11 %	Dv (90) 191 μm
	Dv (99) 300 μm
	Dv (99,9) 352 μm
	Dv (100) 397 μm

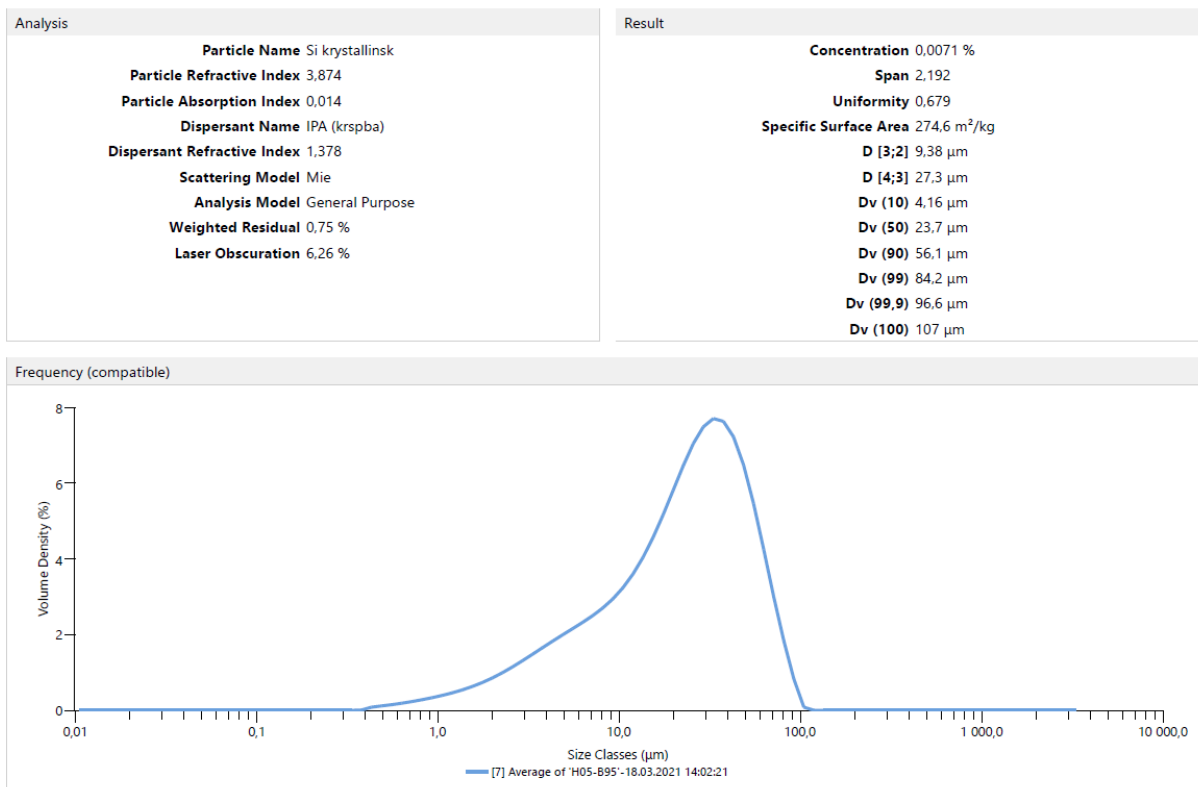


Figur A-3 Malvern-resultater for G100

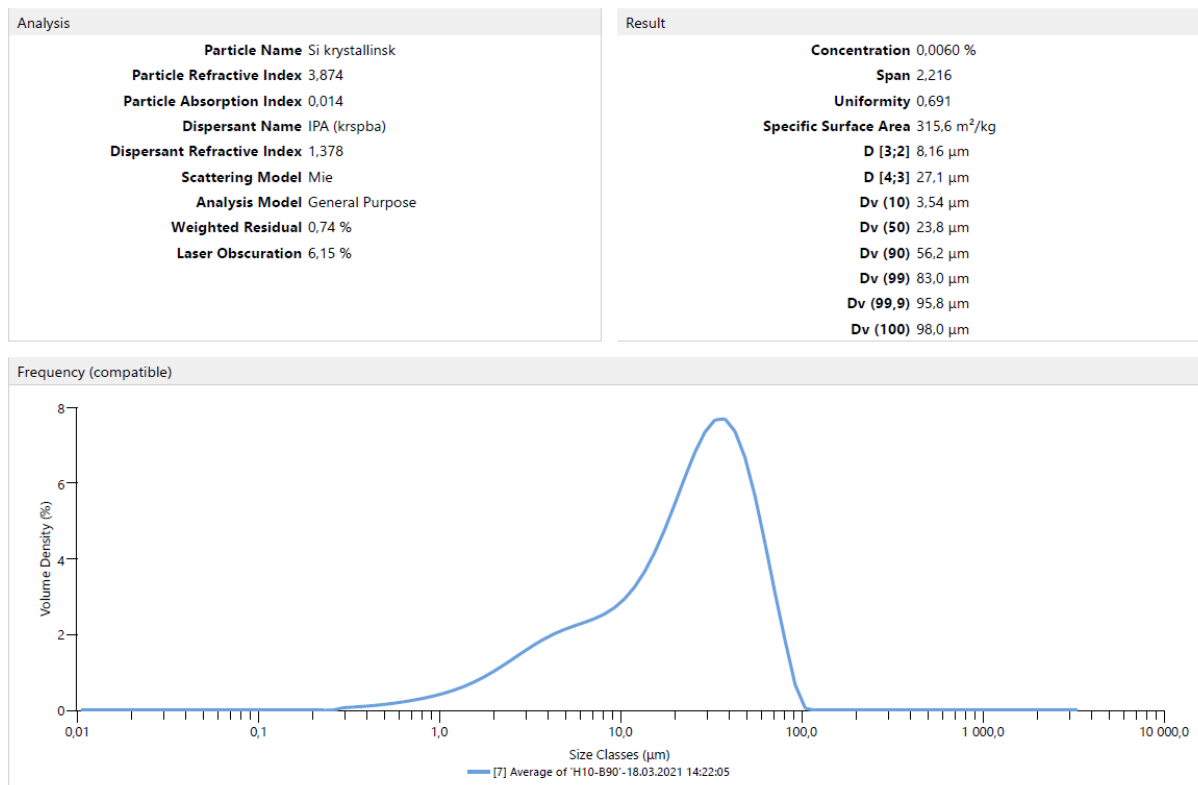
Analysis	Result
Particle Name Si krystallinsk	Concentration 0,0013 %
Particle Refractive Index 3,874	Span 1,543
Particle Absorption Index 0,014	Uniformity 0,471
Dispersant Name IPA (krspba)	Specific Surface Area 1423 m ² /kg
Dispersant Refractive Index 1,378	D [3;2] 1,81 μm
Scattering Model Mie	D [4;3] 2,97 μm
Analysis Model General Purpose	Dv (10) 0,964 μm
Weighted Residual 0,62 %	Dv (50) 2,77 μm
Laser Obscuration 6,65 %	Dv (90) 5,25 μm
	Dv (99) 7,19 μm
	Dv (99,9) 8,08 μm
	Dv (100) 8,65 μm



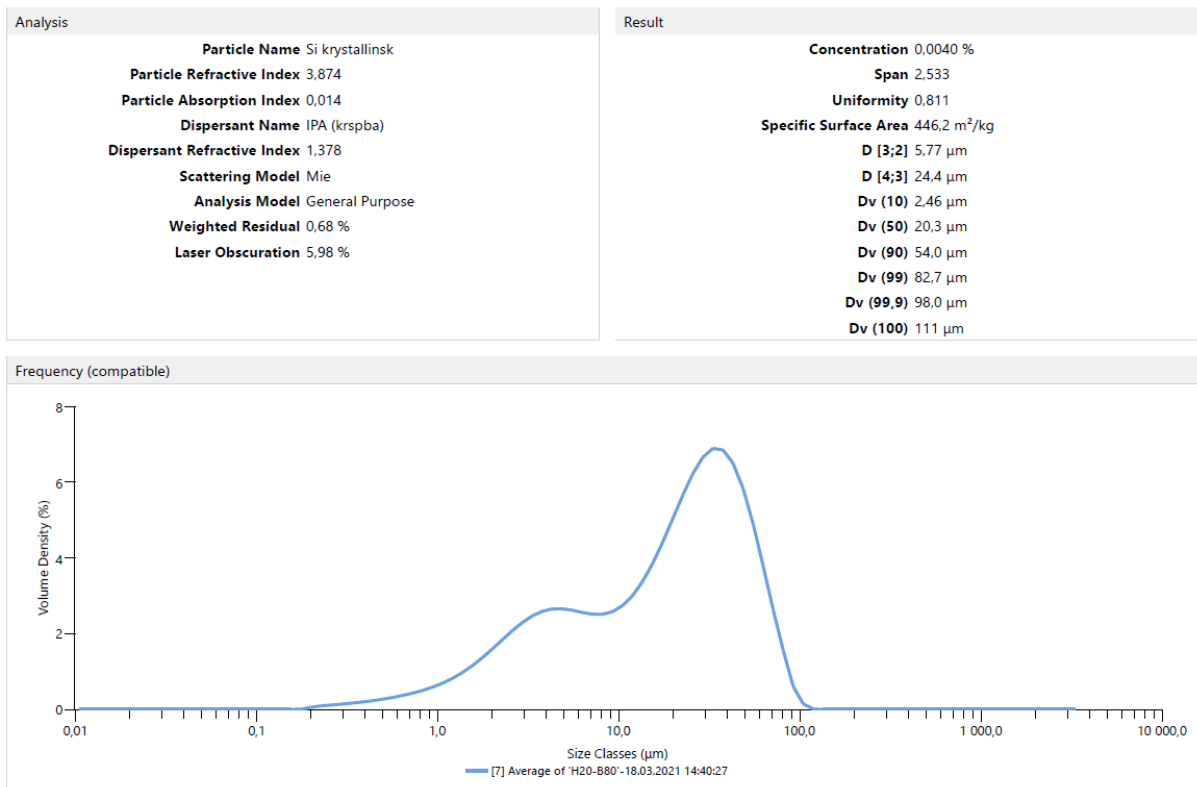
Figur A-4 Malvern-resultater for H100



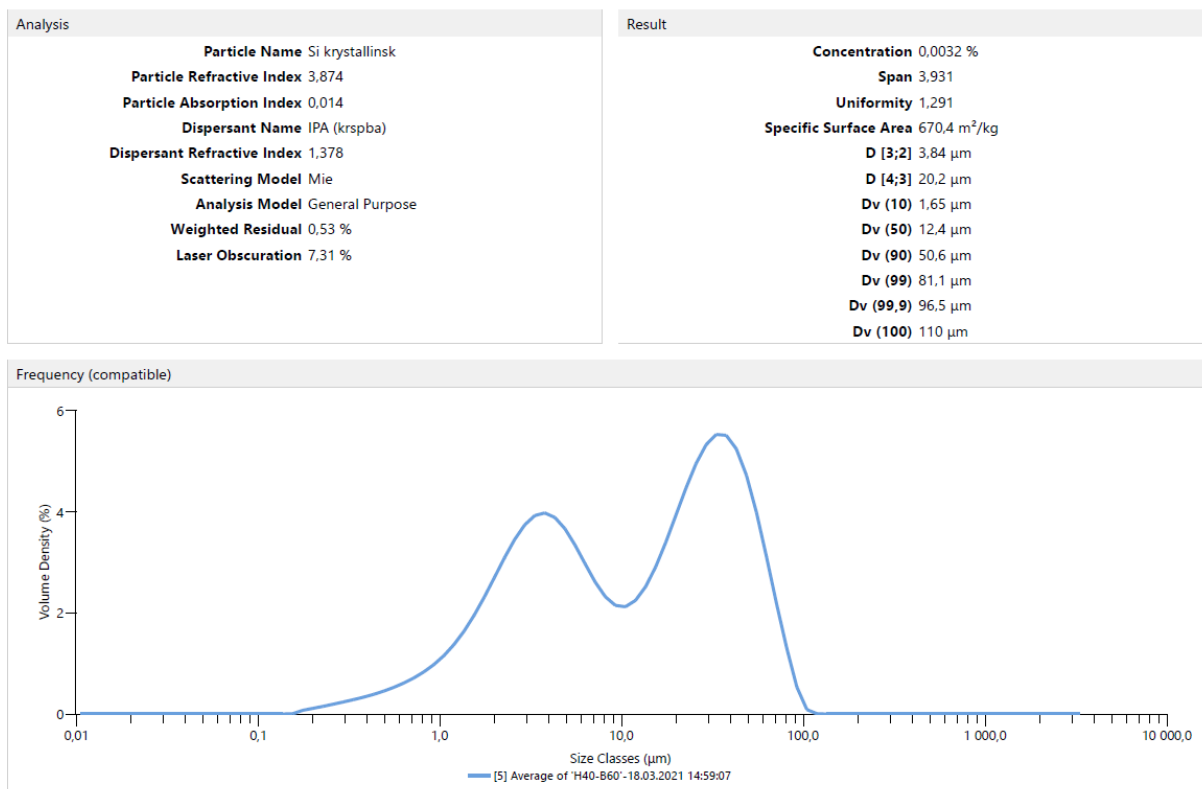
Figur A-5 Malvern-resultater for H05_B95



Figur A-6 Malvern-resultater for H10_B90



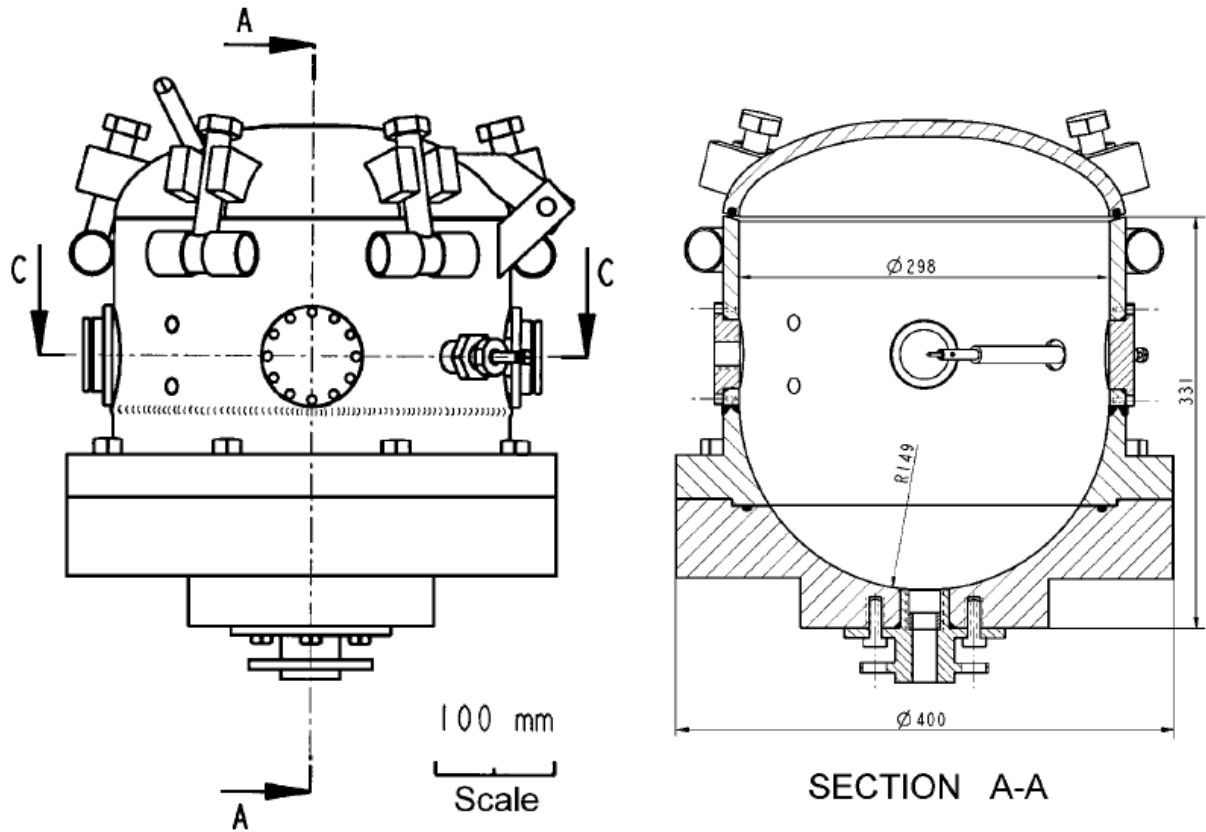
Figur A-7 Malvern-resultater for H2O_B80



Figur A-8 Malvern-resultater for B40_H60

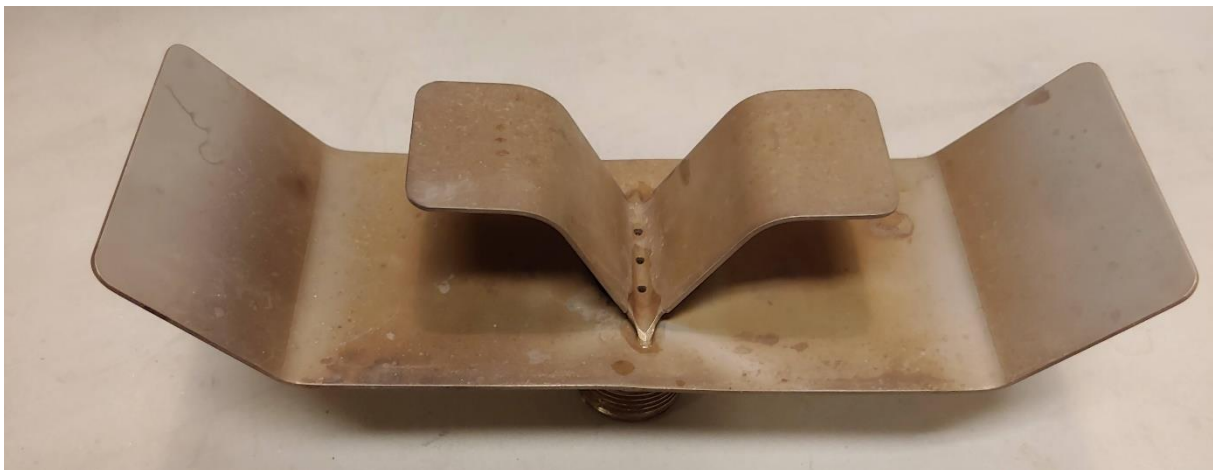
A3 Beskrivelse av eksplosjonskammeret

Figur A-9 viser beskrivelse for USBM-kammeret ved Universitetet i Bergen.

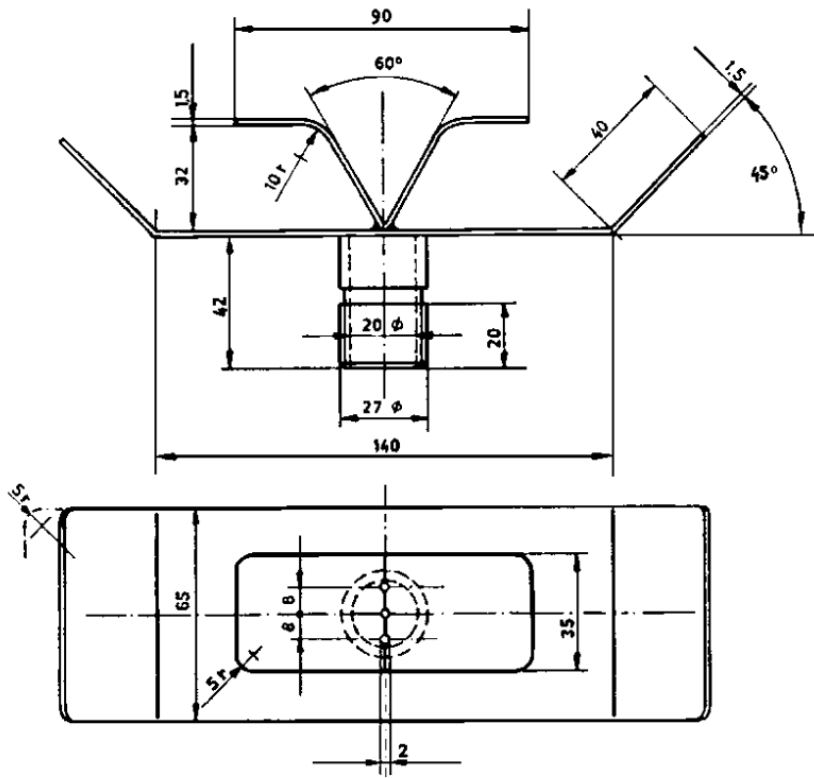


Figur A-9 Tegning av USBM-kammeret ved Universitetet i Bergen (Skjold, 2003)

Figur A-11 og Figur A-10 viser bilde og tegning av refleksjonsdysen benyttet i denne oppgaven.



Figur A-10 Bilde av refleksjonsdysen ("rebound nozzle")



Figur A-11 Dispersjonsdysen benyttet i masteroppgaven, en refleksjonsdyse (Skjold, 2003)